

# UNIVERSITÉ DE BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE  
L'INGENIEUR

Jérôme NEAUPORT

## HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

SPÉCIALITÉ : PHYSIQUE

---

Procédés de fabrication optiques pour composants  
lasers de puissance

---

SOUTENUE LE 23 MARS 2010

APRES AVIS DE :

M. COMMANDRE, PROFESSEUR A L'ECM (MARSEILLE)	RAPPORTEURS
J. P. CHAMBARET, DIRECTEUR DE RECHERCHE A L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE (ORSAY)	
E. FARGIN, PROFESSEUR DE L'U.F.R. DE CHIMIE DE L'UNIVERSITE BORDEAUX 1 (BORDEAUX)	

DEVANT LA COMMISSION D'EXAMEN FORMEE DE :

M. COMMANDRE, PROFESSEUR A L'ECM (MARSEILLE)
J. P. CHAMBARET, , DIRECTEUR DE RECHERCHE A L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE (ORSAY)
E. FARGIN, PROFESSEUR DE L'U.F.R. DE CHIMIE DE L'UNIVERSITE BORDEAUX 1 (BORDEAUX)
J. L. MEYZONNETTE, PROFESSEUR A L'INSTITUT D'OPTIQUE GRADUATE SCHOOL (ORSAY)
Y. IORDANOFF, PROFESSEUR AU LAMEFIP, CENTRE ENSAM (BORDEAUX)

DEPARTEMENT LASER DE PUISSANCE  
CEA DAM, CENTRE D'ETUDES SCIENTIFIQUES ET TECHNIQUES D'AQUITAINE

## REMERCIEMENTS

---

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude envers André Roussel et Geneviève Chabassier. André et Geneviève m'ont initié aux métiers de la fabrication optique et inculqué l'intérêt vibrant que pouvait notamment revêtir le fait de voir une machine de polissage tourner, ce qui pour le non initié n'est pas d'une absolue évidence ! Merci également à eux deux pour la confiance qu'ils m'ont toujours accordée.

Ces travaux n'auraient pas été rendu possibles sans le soutien indéfectible de Nathalie Ferriou Daurios. Merci de m'avoir toujours fait confiance, épargné de bien des choses, suivi et poussé avec enthousiasme dans mes projets d'acquisition de moyens au sein du CEA, accepté avec patience les pannes de carburateurs de ma MG B 78, et plus généralement pour l'amitié.

Nombreuses sont les personnes tant au CEA qu'à l'extérieur du CEA ayant contribué à ces travaux : Philippe Cormont, Cédric Maunier, Denis Valla, Nathalie Darbois, Eric Lavastre, Stéphanie Palmier, Laurent Lamaignère, Thierry Donval, Gérard Razé, Jérôme Daurios, Gaël Gaborit, Gabriel Dupuy, Nathalie Baclet, Guillaume Ravel, Philippe Bouchut, Chrystel Ambard, Nicolas Bonod, Fabien Pilon, Olivier Rondeau, Roger Courchinoux, Karell Bien Aimée, Julie Destribats, Jean Philippe Champreux, Eric Journot, Olivier Cahuc, Philippe Darnis, Claude Rouyer, Nathalie Blanchot, Christian Sauteret, Philippe Legros, Jean Yves K'nevez, Reynald Laheurte, Jean Luc Charles, Damien André, Christophe Lemayre, Jean Flamand, Thierry Thevenin, Isabelle Le Goff, Géraud de Villèle, Francis Bonnemason, Yves Josserand, Jean Jacques Fermé, Bernard Pinot, Clément André, Jessica Fournier, Pierre Grua, Clément Luitot, Jonathan Merzeau, Pierre Vivini, Raymond Mercier, Laurent Gallais, Claude Amra, Jean Claude Birolleau, ... merci à tous et ainsi qu'à ceux que j'ai fatalement oubliés !

Je n'oublie bien sûr pas Nicolas Bonod sans qui le travail sur les réseaux de compression aurait été impossible et Hervé Bercegol dont l'œil critique m'a toujours fait avancer.

Je voudrais également remercier Evelyne Fargin, Ivan Iordanoff, Mireille Commandré, Jean Paul Chambaret et Jean Louis Meyzonnette pour m'avoir fait l'amitié, pour les uns de bien vouloir être rapporteurs de ce travail, et pour les autres de faire partie du jury de cette HDR.

Enfin, tout cela aurait été bien plus difficile et fade sans la présence et le soutien de Valérie, et sans l'affectueux charivari de Léo, Matisse, Mila et Anatole (dormiras-tu un jour ?).

# SOMMAIRE

<b>1</b>	<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>7</b>
<b>2</b>	<b>SYNTHESE SCIENTIFIQUE .....</b>	<b>13</b>
<b>2.1</b>	<b>SURFAÇAGE : .....</b>	<b>14</b>
2.1.1	INTRODUCTION .....	14
2.1.2	PROCEDE DE SURFAÇAGE GENERALITE .....	16
2.1.3	ETUDE DE L'INTERFACE DE SILICE .....	17
2.1.3.1	<i>Polluants induits par le procédé .....</i>	<i>18</i>
2.1.3.2	<i>Polluants provenant du milieu extérieur .....</i>	<i>22</i>
2.1.3.3	<i>Micro fractures sous surfaciques (SSD) .....</i>	<i>25</i>
2.1.4	EFFET DES PROCEDES DE SURFAÇAGE .....	31
2.1.4.1	<i>Ebauchage par usinage diamanté .....</i>	<i>31</i>
2.1.4.2	<i>Doucissage .....</i>	<i>32</i>
2.1.5	CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....	34
<b>2.2</b>	<b>COMPOSANTS DIFFRACTIFS – RESEAUX DE DIFFRACTION .....</b>	<b>36</b>
2.2.1	RESEAUX DE TRANSMISSION LIL ET LMJ .....	39
2.2.1.1	<i>Réseau de transmission à variation d'indice (hologramme de volume) .....</i>	<i>41</i>
2.2.1.2	<i>Réseau de transmission à variation de relief .....</i>	<i>42</i>
2.2.1.3	<i>Perspectives .....</i>	<i>46</i>
2.2.2	RESEAUX DE COMPRESSION D'IMPULSION .....	48
2.2.2.1	<i>Contexte .....</i>	<i>48</i>
2.2.2.2	<i>Banc de test d'endommagement impulsion courte DERIC .....</i>	<i>49</i>
2.2.2.3	<i>Réseau de compression en transmission .....</i>	<i>50</i>
2.2.2.4	<i>Réseau de compression en réflexion .....</i>	<i>52</i>
2.2.2.5	<i>Conclusion et perspectives .....</i>	<i>69</i>
<b>3</b>	<b>SYNTHESE ADMINISTRATIVE .....</b>	<b>71</b>
<b>3.1</b>	<b>GENERALITES : .....</b>	<b>72</b>
3.1.1	CURRICULUM VITAE .....	72
3.1.2	ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT ET DE FORMATION : .....	72
3.1.3	COORDONNEES .....	72
<b>3.2</b>	<b>ACTIVITES DE RECHERCHE .....</b>	<b>72</b>
3.2.1	CONTEXTE SCIENTIFIQUE .....	72
3.2.2	ENCADREMENT DE TRAVAUX DE RECHERCHE ET COLLABORATIONS .....	72
3.2.3	ENCADREMENTS D'ETUDIANTS : .....	73
3.2.4	ENCADREMENT D'EQUIPES D'INGENIEURS .....	73
3.2.5	COLLABORATIONS UNIVERSITAIRES .....	74
3.2.6	PROJETS DE RECHERCHE FINANCES PAR LA REGION AQUITAINE (EFESO) OU PAR L'EUROPE (LASERLAB) .....	74
3.2.7	ORGANISATION D'EVENEMENTS : JOURNEE THEMATIQUE "POLISSAGE OPTIQUE POUR LES GRANDS INSTRUMENTS DE LA PHYSIQUE ET DE L'ASTRONOMIE" .....	75
3.2.8	COLLABORATIONS INDUSTRIELLES .....	75
3.2.9	PRODUCTION SCIENTIFIQUE .....	76
3.2.9.1	<i>Articles dans des revues internationales à comité de relecture .....</i>	<i>76</i>
3.2.9.2	<i>Communications internationales avec publication dans les actes de congrès – communication invitée : .....</i>	<i>77</i>
3.2.9.3	<i>Communications internationales ou nationales avec publication dans les actes de congrès : .....</i>	<i>77</i>

3.2.9.4	<i>Communications internationales ou nationales sans publication dans les actes de congrès :</i>	79
3.2.9.5	<i>Articles dans des publications nationales</i>	80
3.2.9.6	<i>Participation à jury de thèse</i>	80
3.2.9.7	<i>Participation à comité scientifique de conférence internationale</i>	80
3.2.9.8	<i>Brevets</i>	80
3.2.9.9	<i>Relecture d'articles pour revues internationales à comité de relecture :</i>	80

#### **4 BIBLIOGRAPHIE .....81**

## Lexique des abréviations

A/R	Anti reflet
AFM	Atomic Force Microscopy (microscopie à force atomique)
CEA	Commissariat à l'Energie Atomique
CEA-LR	Commissariat à l'Energie Atomique, Centre du Ripault (Touraine)
CESTA	Centre d'Etude Scientifique et Technique d'Aquitaine
CFA	Contrat de Formation par l'Apprentissage
CRPP	Centre de Recherche Paul Pascal (Bordeaux)
DAM	Direction des Applications Militaires
DLP	Département Laser de Puissance
DOP	Diocetylphthalate
EFESO	Etude et Formation En Surfaçage Optique
ELT	Extremely Large Telescope
ENSAM	Ecole Nationale Supérieure des Arts et Métiers
ENSCP	Ecole Normale Supérieure de Chimie et de Physique de Bordeaux
GC-MS	Chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse
GSI	Gesellschaft für Schwerionenforschung mbH, Darmstadt, Allemagne
GTEL	Groupe de Travail Endommagement Laser
HJY	Horiba Jobin Yvon
IAD	Ion Assisted Deposition
IBS	Ion Beam Sputtering
ICMCB	Institut de Chimie de la Matière Condensée de Bordeaux
ICP AES	Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy
IF	Institut Fresnel
IPNL – SMA	Institut de Physique Nucléaire de Lyon – Service Matériaux Avancés
IR	Infrarouge
ISM	Institut des Sciences Moléculaires (Bordeaux)
LAM	Laboratoire d'Astrophysique de Marseille
LAMEFIP	Laboratoire Matériaux, Endommagement, Fiabilité et Ingénierie des Procédés (Bordeaux)
LCFIO	Laboratoire Charles Fabry Institut d'Optique (Palaiseau)
LGM2B	Laboratoire de Génie Mécanique Matériau de Bordeaux
LIL	Ligne d'Intégration Laser
LLE	Laboratory for Laser Energy (Rochester, USA)
LLNL	Lauwence Livermore National Laboratory, Californie, USA
LMJ	Laser Mégajoule
LMP	Laboratoire de Mécanique Physique (Bordeaux)
LULI	Laboratoire pour l'Utilisation des Lasers Intenses (Palaiseau)
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
MLD	Multi Diélectrique
MMLD	Mixte Metal multi Diélectrique
MRF	Magneto Rheological Finishing (polissage magnéto-rhéologique)
NIF	National Ignition Facility
PETAL	PETawatt Aquitaine Laser
PGL	Plymouth Grating Laboratory
PICIN	Plateforme d'Imagerie Cellulaire de l'IFR de Neuroscience (Bordeaux)
PPN	Polypropylène naturel
PQM	Pente Quadratique Moyenne
PSD	Power Spectral Density (Densité spatiale de Puissance)
RIBE	Reactive Ion Beam Etching
RIE	Reactive Ion Etching
SCF	Système de Conversion de Fréquence et Focalisation

SIMS	Secondary Ion Mass Spectroscopy
SSD	SubSurface Damage (Zone endommagée sous surfacique)
TE	Transverse Electrique (polarisation)
TD-GCMS	Thermo Désorption – Gaz Chromatography Mass Spectrometry
TM	Transverse Magnétique (polarisation)
TOF-SIMS	Time of Flight Secondary Ion Mass Spectroscopy
TREFLE	Laboratoire inter établissements Transferts, Ecoulements, Fluides, Energétiques
UV	Ultraviolet

# **1 Introduction**

C'est entre autre sur la base des travaux d'Alfred Kastler que Théodore Maiman réalise la première émission d'un laser à Rubis en 1960. Cette découverte conduit très rapidement les physiciens à estimer les potentialités de cette invention pour la création de plasmas denses. De nombreux laboratoires se lancent alors dans la course. Parmi eux, en 1962, le LLNL démarre un premier programme laser à des fins de fusion et étudie différents prototypes de lasers : laser CO<sub>2</sub>, laser Néodyme-verre, ... L'un de ceux-ci produit en 1972, 40 à 50 J avec des impulsions de 0.1 ns. Le début des années 70 voit les efforts se porter sur la technologie d'amplification de type verre dopé néodyme. Cette technique présente en effet l'avantage de pouvoir être transposée en grande taille avec une émission infrarouge et une bonne capacité de stockage d'énergie. Les deux décades qui suivent verront le développement successif de nombreuses installations toujours plus grandes et délivrant des faisceaux toujours plus énergétiques : ARGUS en 1974 (2 faisceaux, 2kJ, 1ns), SHIVA en 1976 (20 faisceaux, 10.2 kJ, 1 ns), NOVETTE en 1983 (2 faisceaux, 20 kJ, 2,5 ns), NOVA en 1986 (10 faisceaux, 100 kJ, 2,5 ns).

De son côté, le CEA DAM démarre également un programme laser à des fins de fusion en 1962 avec un premier laser à rubis en 1963. Les générations de laser se succèdent ensuite avec diverses installations dont L5 en 1969 (2 faisceaux 125 J, 30 ns), C6 (4 faisceaux 600 J, 1,4 ns), P102 (1 faisceau, 80 J, 100 ps et jusque 25 J, 0,5 ps), OCTAL en 1978 (8 faisceaux, 5 kJ, 1 ns) puis PHEBUS en 1985 (2 faisceaux, 8 kJ, 1 ns).

En 1994, le LLNL débute le travail de conception du NIF [1] alors que le CEA élabore l'avant projet du laser LMJ [2]. Ces deux installations doivent délivrer de 1.5 à 1.8 MJ d'énergie avec 192 (NIF) ou 240 (LMJ) faisceaux nanosecondes à la longueur d'onde de 351 nm (émission néodyme phosphate à 1053 nm triplée). Les concepts retenus pour ces chaînes seront validés sur des installations comportant un plus faible nombre de faisceaux : la LIL pour le CEA (4 faisceaux de 20 kJ IR ns triplés pour 7,5 kJ UV nanoseconde, en fonctionnement depuis 2002) et le BEAMLET pour le LLNL (1 faisceau 20 kJ IR triplé 5 kJ UV nanoseconde arrêté en 1998).

D'autres laboratoires visent les fortes puissances à des durées d'impulsions très brèves, on peut par exemple citer les chaînes lasers en développement PETAL du CEA CESTA (1 faisceau 3,6 kJ, 500 fs) ou OMEGA EP de l'université de Rochester, USA (2 faisceaux 1 ps, 1 kJ couplés à 4 faisceaux 2,5kJ, 1ns).

Le graphique qui suit présente l'ensemble des installations existantes ou en cours de développement de par le monde (Figure 1).

Chaque nouvelle génération d'installation laser de puissance nécessite bien évidemment de nouvelles architectures. On peut citer par exemple l'introduction de l'amplification multi passage ou le système anti retour à cellule de Pockels à électrodes de plasma développé pour les lasers NIF et LMJ, la focalisation par réseau implantée sur la LIL et le futur LMJ, ou bien le principe de compression à dérive de fréquence pour la génération d'impulsion courte validé sur P102, et bien d'autres encore. Chacune de ces modifications de conception apporte également son lot d'innovations en termes de composants optiques et donc de procédés de fabrication optique.



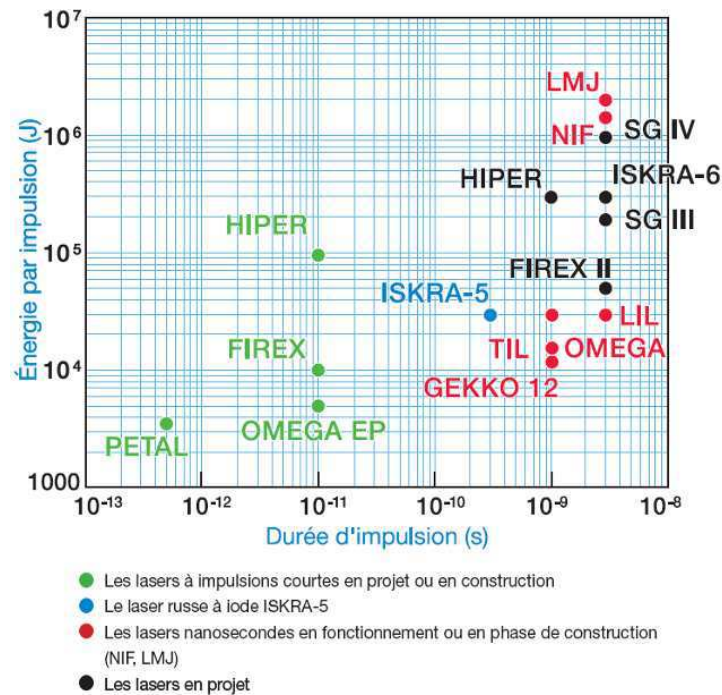


Figure 1 : Les grands lasers du monde (source « Tour du monde des grands lasers » B. Le Garrec, Liaison Mégajoule – Janvier 2008)

Ainsi, si on considère le cas du verre amplificateur, la figure 2 présente l'évolution de ces composants sur 30 ans d'installation laser du LLNL et du CEA DAM. Les modifications sont multiples. La géométrie d'abord passe du barreau au disque elliptique puis au demi-disque elliptique, à l'octogone et demi octogone et enfin à la plaque rectangulaire de 810x430 mm<sup>2</sup> pour le LMJ. Afin d'améliorer l'efficacité laser du verre, la matrice vitreuse silicate est changée pour une matrice phosphate en 1982. L'augmentation de la fluence d'utilisation des plaques dans l'amplificateur impose à la fin des années 80 le développement de verres spécifiques sans inclusions de platine. Alors que des installations comme PHEBUS n'utilisent que quelques dizaines de barreaux et disques amplificateurs, il en faut plusieurs milliers pour le NIF ou le LMJ. Une technique de coulée continue est donc développée en collaboration entre le CEA et le LLNL avec les verriers SCHOTT et HOYA pour produire ces composants à un coût plus abordable que la technique de coulée unitaire classique. Les premières coulées continues de verre laser néodyme phosphate à grande homogénéité d'indice et sans inclusions sont réalisées en 1998. La production de la totalité du verre nécessaire aux installations NIF et LMJ s'est terminée en 2008.

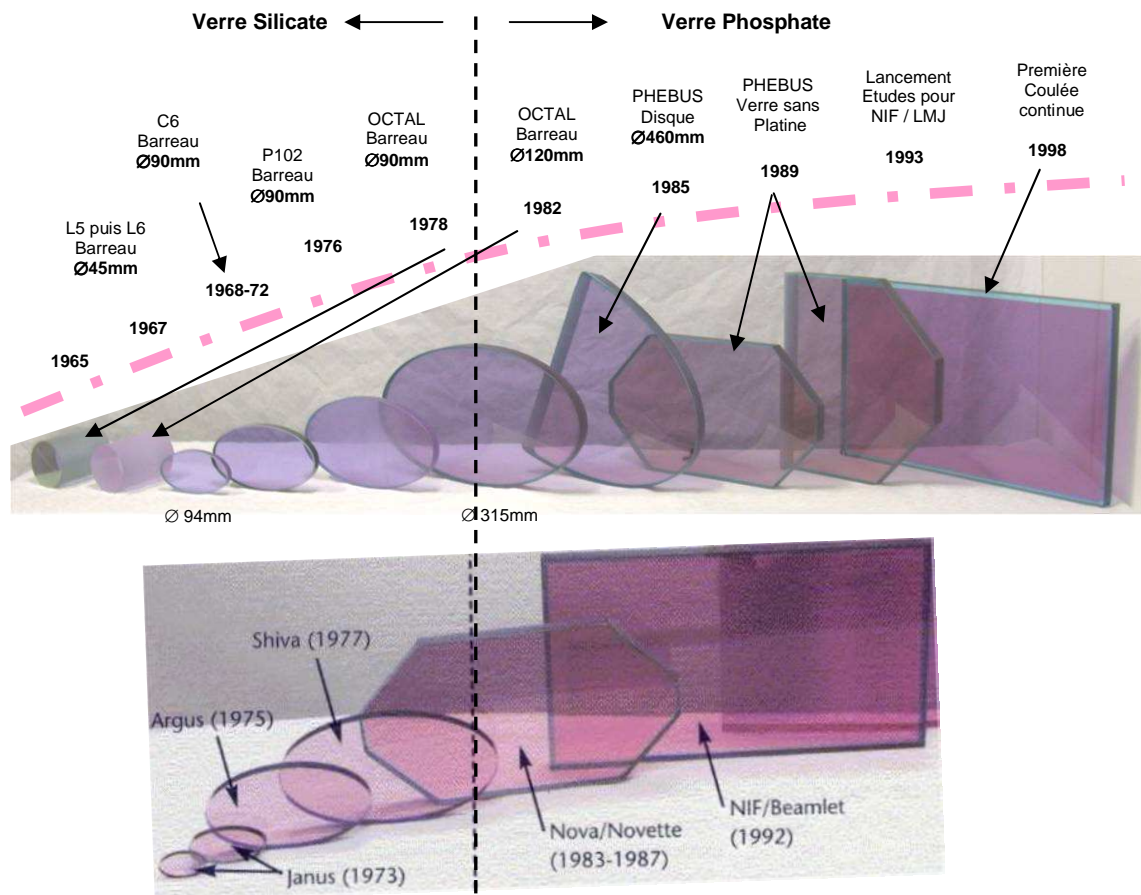


Figure 2 : 30 ans de verre amplificateur Néodyme verre pour les installations lasers du CEA DAM (haut) du LLNL (bas) - (source « L'Odyssée du verre laser », CESTA/DLP- D. Taroux)

On peut également illustrer cette évolution des composants en s'intéressant aux miroirs transportant les faisceaux de ces installations lasers comme l'illustre la figure 3. Outre l'évolution de diamètre des composants qui n'est pas représentée ici, le seuil d'endommagement laser requis sur les installations et obtenu sur les miroirs augmente constamment. Cette amélioration, donnée ici sur des miroirs centrés à 45° à la longueur d'onde de 1,053µm fabriqués par MATRA Optique (devenue REOSC puis SFIM puis SAGEM) pour le compte du CEA DAM, est obtenue par un constant travail sur le procédé de dépôt d'évaporation par canon à électrons. Les couples haut indice / bas indice sont modifiés afin de déterminer le couple adéquat pour une application haute tenue au flux, des efforts sont faits sur le conditionnement des cibles, la préparation des substrats, ... En 2000, le remplacement de la cible HfO<sub>2</sub> oxyde par une cible Hf métallique couplée à des paramètres adéquats de dépôt (mis au point au CEA LETI) permet d'assurer des seuils supérieurs à 70 J/cm<sup>2</sup>.

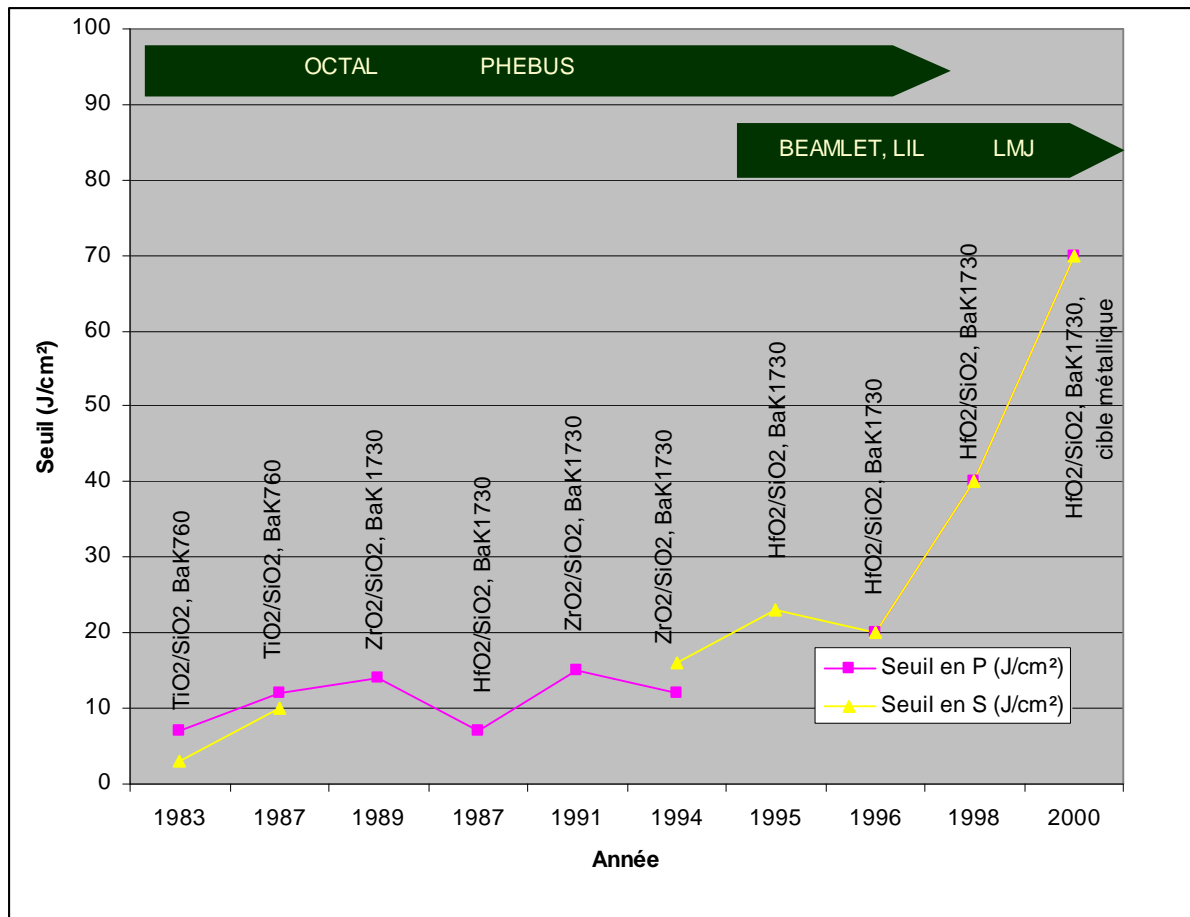


Figure 3 : 20 ans de dépôts miroirs (45°) – seuils d'endommagement laser en section droite à 1,053μm, 3ns, mode de test 1 on 1 (miroirs MATRA Optique devenue REOSC puis SFIM puis SAGEM)

La course au développement d'installations lasers de puissance dédiées à la fusion impose donc un rythme soutenu de développement de composants optiques. Un effort constant doit être mené pour que les procédés de fabrication soient à même de produire des composants toujours plus performants et bien souvent de tailles croissantes. Mon travail de recherche s'inscrit dans cette problématique : améliorer les procédés de fabrication des composants optiques pour des performances toujours accrues, et imaginer parfois de nouvelles fonctions pour de nouvelles architectures lasers. Ces travaux sont essentiellement menés dans le cadre des projets LIL, LMJ du CEA DAM ainsi que du projet PETAL financé par la Région Aquitaine, trois installations en fonctionnement ou en cours de construction sur le site du CEA CESTA. Je m'intéresse plus particulièrement à deux thématiques principales : l'étude des procédés de polissage haute tenue au flux UV pour une part et la mise au point de composants diffractifs (réseaux, lames de phase) pour une seconde part. Dans tous les cas, il s'agit d'être à même de fabriquer des composants optiques utilisables sous des flux lasers élevés et bien souvent de grandes dimensions (proche de 40 cm x 40 cm). Enfin, il faut souligner que la plupart des moyens de fabrication de grande dimension étant localisés chez des industriels, ces travaux impliquent une forte collaboration avec le milieu industriel en complément des études universitaires.

Les activités de recherche seront détaillées en partie 2. Cette partie est séparée en deux thèmes principaux :

- **Le surfaçage de la silice :**

Je présenterai la problématique de l'endommagement laser de la silice sous flux intense à 351 nm et son lien avec le procédé de polissage. Des premiers travaux

industriels initiés en 1998 jusqu'à ceux du groupe de travail CASIMIR du CEA et de ses partenaires universitaires, nous détaillerons l'ensemble des résultats obtenus suivant deux volets principaux : caractérisation d'interface de silice, compréhension du procédé de polissage / essais technologiques. Ces résultats ont à ce jour fait l'objet de 7 publications internationales [A1] à [A7] (dont une est en cours de soumission) et 8 communications [C1], [C3] à [C10], [C12], [C15], [C26] à [C28] et [C33], ainsi que diverses publications et communications nationales.

- **L'optique diffractive :**

Je traiterai brièvement du cas des réseaux focalisants développés en collaboration avec la société HORIBA JOBIN YVON. Ces travaux ont fait l'objet d'une publication internationale [A17], et 5 communications internationales [C29], [C30], [C33], [C34] et [C35] ainsi que d'autres communications et publications nationales. Le cas des lames de phase de la LIL et LMJ ne sera par contre pas présenté car le procédé reste pour partie une extrapolation du procédé réseau. Ces travaux ont néanmoins fait l'objet d'une publication internationale [A18]

Le cas des réseaux de compression d'impulsion et leur optimisation au regard de l'endommagement laser sera ensuite abordé. Ces travaux ont fait à ce jour l'objet de 6 publications internationales [A8], [A10], [A11], [A13], [A15] et [A16] dont une est en cours de soumission, 13 communications internationales [C11], [C13], [C14], [C16] à [C25], [C32] et un brevet [B3] ainsi que diverses communications et publications nationales.

La correction de chromatisme de chaîne laser de puissance par lentille de Fresnel diffractive ne sera pas contre pas détaillée car ce composant comporte des contraintes de flux lasers moins pénalisantes que les autres applications exposées dans ce document. Ces travaux ont néanmoins fait l'objet de 2 publications internationales [A12] et [A14] et un brevet avec extension internationale [B2].

Une synthèse administrative sera ensuite fournie en partie 3 avant de clore par une bibliographie en partie 4.

---

## **2 Synthèse scientifique**

### 2.1 SURFAÇAGE :

#### 2.1.1 INTRODUCTION

La tenue au flux des composants en silice polie à la longueur d'onde de 351 nm en régime nanoseconde est l'une des limites majeures d'installations lasers comme le LMJ [1] et le NIF[2]. La problématique de l'endommagement laser des optiques des chaînes laser de puissance est connue depuis le démarrage du projet LMJ en 1994. Elle s'appuie sur l'expérience de la mise au point et l'exploitation de nombreuses installations laser au CEA Limeil telles que OCTAL et PHEBUS. Ainsi lors du passage d'un faisceau laser de fluence de l'ordre 10 J/cm<sup>2</sup>; 3 ns au travers d'une lame à face planes et parallèles de silice polie, celle-ci subit un endommagement de surface généralement sur la face arrière qui se présente sous la forme d'un cratère de 10 à 100 µm. La tenue au flux des composants est alors exprimée en terme de seuil à la longueur d'onde d'utilisation, c'est-à-dire essentiellement à 1053 nm et à 351 nm. La prise de conscience réelle des difficultés inhérentes à la silice irradiée sous flux intense à la longueur d'onde de 351 nm date de 1998. Cette année là, une campagne de test sur lame de silice livrée par le CEA est réalisée sur le prototype BEAMLET au LLNL. Les pièces testées s'endommagent alors massivement à des fluences proches de 5 J/cm<sup>2</sup>, soit bien en deçà du seuil, évalué sur banc, qui est proche de 10 J/cm<sup>2</sup>. Sur la base de ces travaux qui s'ajoutent à de nombreux résultats similaires publiés par le LLNL, la problématique de l'endommagement laser est complètement repensée. Sous l'impulsion du Groupe de Travail Endommagement Laser, créé et animé par H. Bercegol, il s'agira essentiellement de :

- Repenser la métrologie d'endommagement laser en réalisant un effort particulier sur la connaissance des profils spatiaux, la durée d'impulsion et donc la fluence vue par l'échantillon lors du test, l'automatisation de la détection de dommages. De nouvelles procédures de test, dérivées de la méthode raster scan [3], sont mises en place pour offrir une mesure répétable de densités de dommages par cm<sup>2</sup> en lieu et place de la traditionnelle mesure de seuil [4].
- Séparer le problème de l'endommagement laser en deux points disjoints : l'initiation de dommages qui correspond à la révélation de rares défauts sur la surface de la pièce lors d'un premier tir laser sous forme de cratères de quelques dizaines de microns de diamètre, et la croissance catastrophique de ces quelques rares dommages lors de tirs lasers successifs [5].
- Fixer une spécification d'endommagement laser à 0,01 dommage/cm<sup>2</sup> pour des fluences inférieures à 14 J/cm<sup>2</sup>, 3 ns, 351 nm.
- Démarrer des études portant sur la physique de l'endommagement afin d'acquérir une compréhension de l'interaction entre le faisceau laser et les précurseurs potentiels de l'initiation ainsi que des phénomènes de croissance.

Les travaux que nous détaillons dans la suite de ce chapitre **s'intéressent principalement à ce lien qui existe entre initiation de dommages et procédé de surfaçage**. En effet, le seuil d'endommagement de la silice massive est de plusieurs dizaines de J/cm<sup>2</sup> [6], donc largement supérieur à celui de l'interface de silice polie [7]. Moyennant le recours à une silice de qualité laser (silice synthétique de type Suprasil, Lithosil ou équivalent) comme dans notre cas, l'initiation laser est donc gouvernée par la qualité du procédé de polissage. La croissance peut quant à elle être bloquée grâce à des techniques de stabilisation laser CO<sub>2</sub> [C26]. Puisque l'initiation se produit en surface, c'est qu'il existe proche de l'interface des précurseurs de l'endommagement laser et que chaque procédé de surfaçage modifie potentiellement la nature et la distribution de ceux-ci.

**Une démarche d'ensemble a donc été mise en place afin d'explorer de la manière la plus complète possible ce lien entre initiation de dommage laser et procédés de surfaçage**. Nous verrons que nos efforts se sont portés tant sur la caractérisation de

## 2.1 Surfaçage

l'interface de silice pour la recherche de précurseurs de dommage que sur des essais technologiques en eux mêmes. Si l'on revient sur l'historique de ces études, l'essentiel de nos travaux dans la période 1998-2004 a d'abord consisté :

- A qualifier les procédés de différents polisseurs au regard de l'endommagement laser à 351 nm et tenter chez eux d'en améliorer les performances.
- A trouver un post procédé, i.e. une opération qui pourrait se produire après le polissage final, capable de supprimer tout précurseur potentiel de l'interface de silice.

L'optimisation de procédés de surfaçage fut conduite exclusivement sur un critère d'endommagement laser à 351 nm. Les tests d'endommagement furent d'abord réalisés au LITEN en utilisant un mode de test R/1 [13], puis ce mode de test fut substitué par un test raster scan dès 2003/2004 réalisé au CEA CESTA sur le banc LUTIN [4]. Nous acquîmes la conviction de l'effet du procédé de surfaçage sur la densité de dommages par  $\text{cm}^2$  comme l'illustre la Figure 1 issue de [C27]. Néanmoins, il devint rapidement difficile d'avancer car il fallait aller toujours plus loin dans le détail du procédé de surfaçage ce qui pouvait parfois causer quelques difficultés dans un contexte industriel. De plus, le critère d'amélioration étant un critère d'endommagement conduit en toute fin de procédé, il fallait assurer une parfaite identité de l'ensemble des opérations de fabrication lorsque qu'un unique paramètre était modifié au sein du procédé de surfaçage. Or ceci est bien souvent difficile : étudier l'effet de l'ébauchage en supposant que les étapes suivantes de doucissage, pré-polissage, polissage, nettoyage restent constantes est une hypothèse forte.

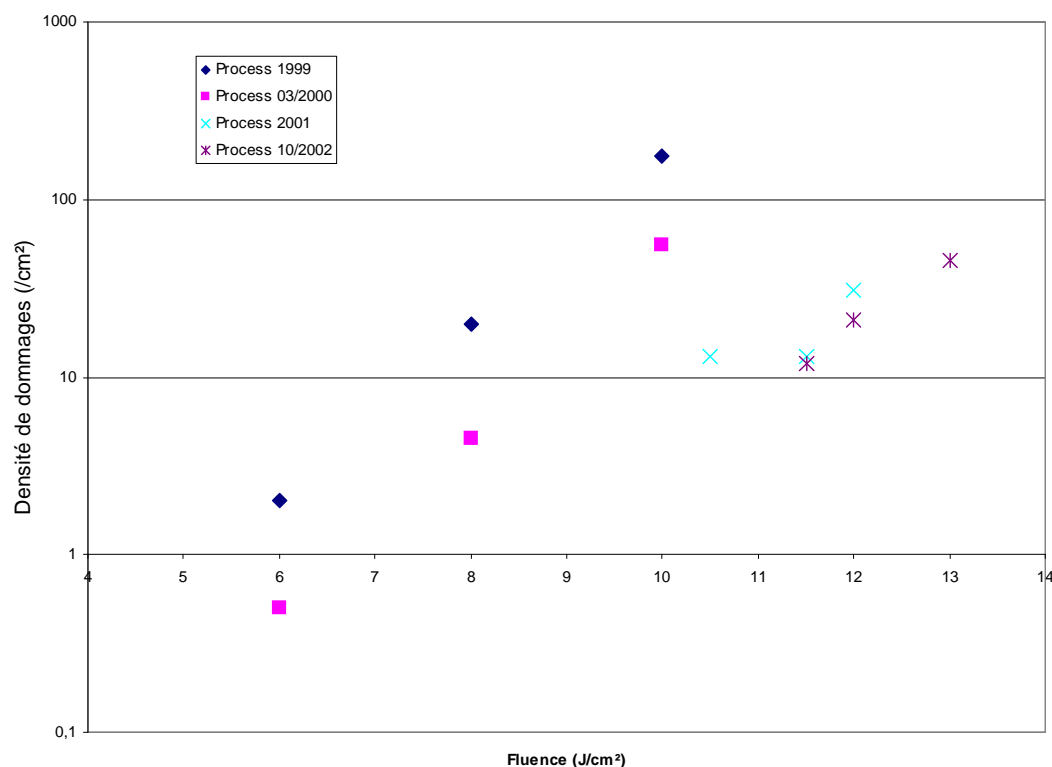


Figure 1 : Travail sur les procédés de surfaçage, effet sur la densité de dommages, test LUTIN à 351 nm, 2.5 ns [C27]

Un grand nombre d'essais de post procédés fut réalisé : usinage ionique non réactif, RIE, RIBE, acidage HF, MRF... etc. La Figure 2 montre à ce titre l'effet d'un acidage HF sur une pièce polie par procédé MRF. On constate que le poli MRF suivi d'une étape d'acidage HF (wet etch) permet un démarrage de la probabilité d'endommagement en R/1 vers un peu plus de 10  $\text{J}/\text{cm}^2$ , soit bien en deca des spécifications désirées.

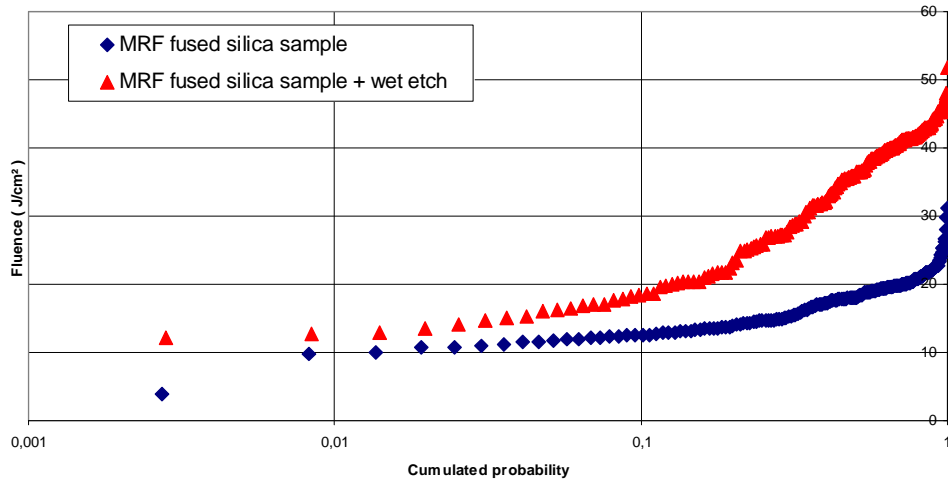


Figure 2 : Effet d'un acidage HF sur une pièce polie MRF. Seuil mesuré en R/1 (355 nm, 3 ns)

Malheureusement, aucun des procédés testés ne permet à lui seul de récupérer des performances suffisantes en sortie de polissage tout en préservant les spécifications optiques de la pièce (aspect, surface d'onde en particulier).

Au regard de ces résultats, nous complétons ces travaux par :

- Une démarche visant à mieux connaître l'interface de silice et donc potentiellement les précurseurs de l'endommagement. Il s'agit également de compléter les tests d'endommagement laser par des mesures intermédiaires au sein du procédé de surfaçage. Ceci est présenté dans la partie 2.1.3.
- Des essais technologiques instrumentés réalisés dans des laboratoires universitaires voire au CEA auxquels s'ajoutent des modélisations pour comprendre l'effet de chaque étape du procédé sur l'interface. C'est ce que nous détaillons dans la partie 2.1.4.

Ces travaux sont conduits par le groupe de travail CASIMIR (§3.2.4) au sein du GTEL et plus récemment avec le concours du projet EFESO (§3.2.6).

### 2.1.2 PROCEDE DE SURFAÇAGE : GENERALITE

Le surfaçage ou polissage des verres met en œuvre des techniques pour la plupart anciennes basées sur un savoir faire majoritairement oral. Cette spécialité est maîtrisée par un petit nombre de sociétés en France comme en Europe. Aujourd'hui des grands projets comme le Laser Mégajoule (LMJ) ou les développements de télescopes multi segmentés (OWL, EURO50, TMT) poussent les procédés de polissage dans leurs derniers retranchements et nécessitent une maîtrise et une compréhension scientifique complète des phénomènes mis en œuvre. Le surfaçage des verres comprend les étapes élémentaires schématisées ci-dessous (voir [8] pour une présentation détaillée du polissage des matériaux optiques) :

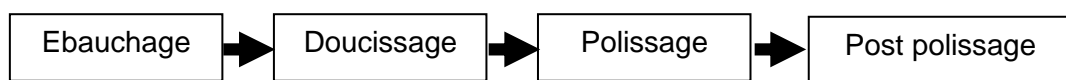


Figure 3 : Etapes principales d'un procédé de surfaçage

L'ébauchage consiste à partir d'un bloc matière "sans forme" pour en sortir une pièce dont les cotes latérales sont celles de l'optique finale et dont l'épaisseur est surcotée par rapport à la côte finale pour permettre la réalisation des étapes suivantes de doucissage et de polissage. L'ébauchage fait appel aux deux opérations principales : le sciage (scies



diamantées, ...) et la rectification à meule diamantée. Il est également possible de réaliser une étape d'ébauchage à l'aide d'abrasifs grossiers (100µm environ) en suspension dans de l'eau ou un autre fluide suivant la nature du matériau à ébaucher.

Le doucissage a pour fonction de diminuer la rugosité de la pièce tout en améliorant la planéité. Le doucissage est généralement réalisé par l'action d'un abrasif de taille intermédiaire (10µm) en suspension dans de l'eau et mis en frottement sur la face à doucir à l'aide d'un plateau en laiton ou en céramique.

Le polissage donne sa transparence à la pièce et sa qualité de planéité quasi finale. Il s'agit tout comme le doucissage d'utiliser un abrasif fin (1µm) mis en frottement sur la pièce à l'aide d'un plateau de matière synthétique ou de poix.

Un post polissage peut alors être mené pour améliorer encore la planéité de la pièce ou sa tenue au flux laser. De nombreux procédés peuvent être mis en œuvre : polissage local par robot, polissage local par faisceau d'ions, attaque chimique pleine surface ou localisée, ...

Chaque étape détaillée ci dessus diffère entre autres par le type d'action mise en œuvre pour réaliser l'enlèvement matière (mécanique ou mécano chimique) et la nature de l'abrasif : abrasif libre (en suspension dans un fluide) ou abrasif fixe (englué dans le liant d'un outil). La compréhension de ces différentes étapes fait donc appel à des compétences différentes. Le tableau ci-dessous donne les combinaisons existantes dans la plupart des cas.

	Type d'abrasif	Type d'action
<b>Ebauchage</b>	Fixe	Mécanique
<b>Doucissage</b>	Fixe ou libre	Mécanique
<b>Polissage</b>	Libre	Mécano chimique
<b>Post polissage</b>	Divers	Mécanique, Mécano chimique voire chimique suivant procédé

Tableau 1 : Type d'action suivant les étapes de surfaçage

### 2.1.3 ETUDE DE L'INTERFACE DE SILICE (SURFACE ET SOUS SURFACE)

Après polissage, qui est une opération d'usinage contrôlée, une pièce en verre comporte une zone perturbée entre le matériau massif et le milieu extérieur comme le démontre Rayleigh dès 1903 [9]. La figure ci-dessous donne une représentation schématique de cette interface.

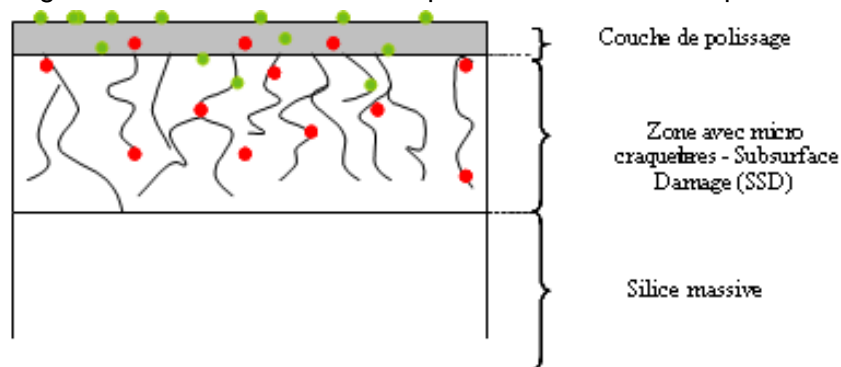


Figure 4 : Structure schématique de l'Interface de verre après polissage (points verts : polluants propres au procédé, points rouges polluants provenant de l'environnement extérieur)

Cette zone de transition se sépare en deux zones principales. Une couche dite de polissage créée par le processus physicochimique de polissage dont l'extension est de quelques dizaines de nanomètres [10] et par exemple mesurable par ellipsométrie [11]. Une zone fracturée (fractures non débouchantes), créée lors des opérations de sciage et d'ébauchage, propagée ou gommée partiellement par les opérations de rodage, doucissage et polissage qui suivent et dont l'extension va de quelques microns à quelques dizaines de microns [12]. L'extension et la nature de ces différentes zones varient grandement suivant le procédé de

surfaçage et la méthode de caractérisation retenue, aussi les résultats bibliographiques donnent des extensions de SSD allant de quelques microns [13] à plus de 100  $\mu\text{m}$  [14]. A ces défauts se superposent probablement également une contrainte résiduelle de surface et des polluants absorbants locaux venant du procédé de polissage (métaux, ...) ainsi que des polluants pouvant provenir de l'environnement, du milieu extérieur.

### **2.1.3.1 Polluants induits par le procédé**

Le procédé met en œuvre de nombreux outillages et produits. On peut citer par exemple : les meules diamantées dont les grains sont tenus par un liant de type métallique ou résinoïde, l'alumine utilisée en suspension dans de l'eau lors des opérations de doucissage réalisées avec un plateau de fonte, le cérium ou zirconium pour le polissage, ... Le surfaçage consistant en une succession d'étapes d'abrasion avec un enlèvement fait par une action mécanique (ébauchage, doucissage) voire physicochimique (polissage), l'interface de verre polie se retrouve logiquement chargée avec ces différents contaminants. On peut alors penser que ceux-ci ont un rôle dans l'initiation de dommage. Ceci est par ailleurs étayé par différents auteurs estimant que les précurseurs de l'endommagement sont de taille nanométrique : bulles, inclusions métalliques ou diélectriques ... [15][16]. Par ailleurs, les tentatives de caractérisation de surface de silice par divers moyens (absorption, luminescence, ... etc) et leur corrélation avec l'endommagement laser se sont toujours révélées infructueuses. Ceci est cohérent avec une taille de dommage initiateur tombant sous la limite de détectivité de ces moyens. Enfin, divers groupes ([17] à [21]) se sont intéressés à l'endommagement à 351 nm d'échantillons comportant des nanoparticules emprisonnées dans une couche de silice déposée sous vide et ont mis sur pied des scénarii valides montrant que l'initiation pouvait se produire à partir d'un défaut de type nanoparticule.

En écho à ces travaux, il nous est apparu important de mettre au point des outils permettant de caractériser le contenu de l'interface de silice polie, de corréler ce contenu avec la nature des produits utilisés dans la gamme de surfaçage, et éventuellement avec la densité de dommages à 351 nm. Kozłowski [22] avait réalisé des études de ce type en caractérisant l'interface de silice polie par SIMS et en tentant une corrélation avec un seuil d'endommagement testé en mode R/1. Nous avons également réalisé des mesures SIMS sur divers échantillons comme le montre la Figure 5.

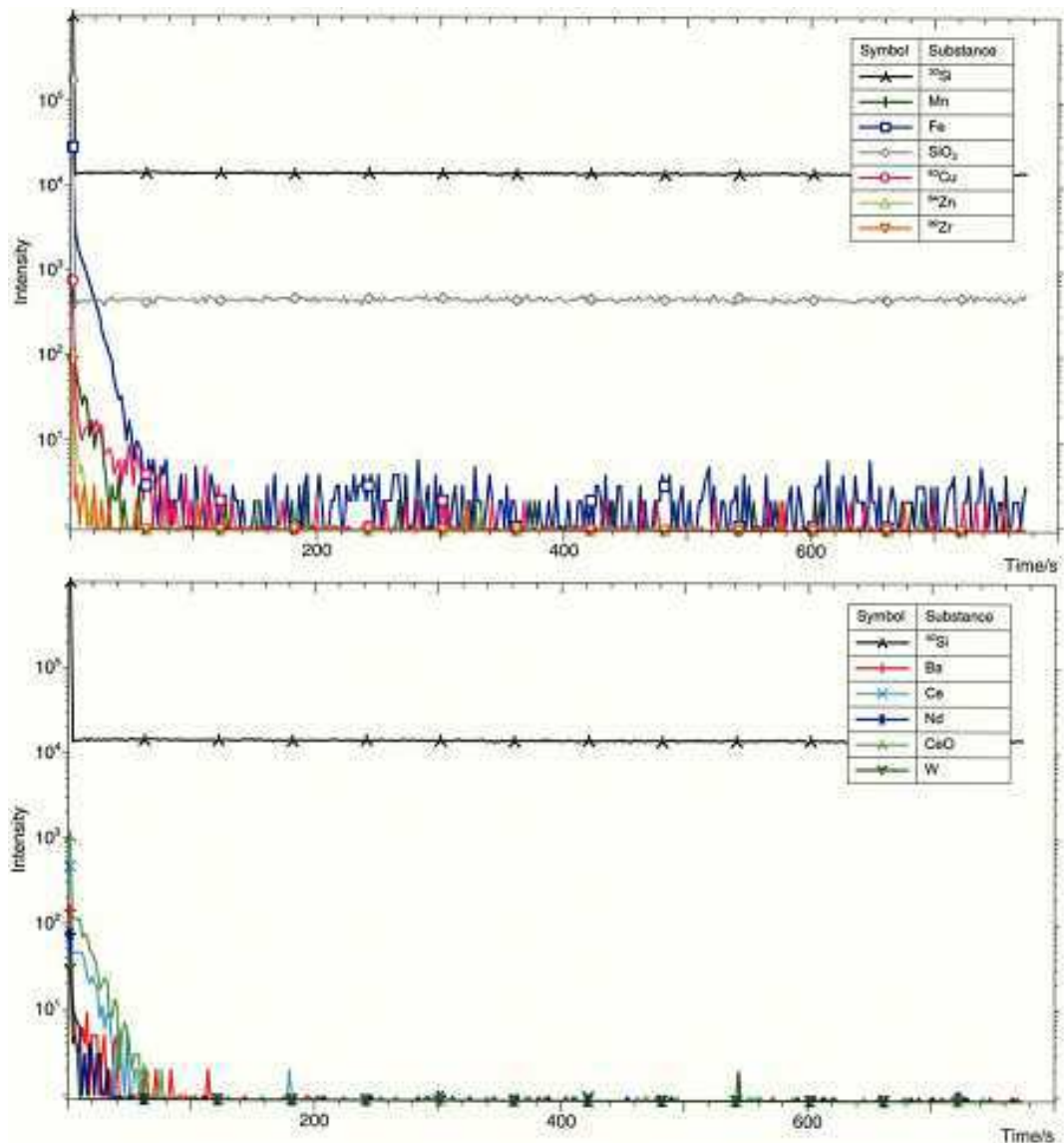


Figure 5 : Analyse TOF-SIMS d'un échantillon poli au cérium. Une couche polluée d'environ 50 nm d'épaisseur est visible (1s = 1nm)

On voit clairement l'existence d'une zone d'une cinquantaine de nanomètres de profondeur contaminée en cérium (provenant du slurry i.e. le liquide de polissage) mais également en fer (provenant d'un plateau fonte), baryum et néodyme (éléments de verre laser polis avec ce même produit avant réalisation de l'échantillon en silice). Il s'agit de la couche de polissage dont nous avons déjà parlé. Si la méthode est précise et permet d'avoir des informations sur le vécu de la pièce (type de produit utilisé, ...), elle est pourtant inadaptée dans le cadre d'une tentative de corrélation avec une densité de dommages. En effet, le champ de mesure en SIMS est de l'ordre de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  alors que les densités de dommages et donc de précurseurs potentiels visés sont de  $0,01/\text{cm}^2$  pour ce qui est de la spécification et de l'ordre de  $1/\text{cm}^2$  sur les pièces fabriquées en 2004. Il nous faut donc développer une méthode de caractérisation couvrant un champ plus large et idéalement la totalité de la surface de la pièce. La méthode, mise au point en 2005 en collaboration avec le CEA LR, consiste à dissoudre dans un bain de  $\text{HF}/\text{HNO}_3$  (80% v. / 20% v.) des tranches successives de l'échantillon de silice à analyser. Chaque solution ainsi obtenue est analysée par ICP-AES pour donner accès au taux de polluant en fonction de l'épaisseur érodée. La totalité de la surface à analyser étant trempée dans le bain, ce n'est plus une zone de  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  qui est analysée comme en TOF-SIMS mais toute la surface de l'échantillon (de 100 mm de diamètre la plupart du temps). Une telle surface de mesure est maintenant compatible avec les densités de dommage recherchées.

## 2.1 Surfaçage

La Figure 6 montre un résultat obtenu avec cette méthode sur un échantillon poli avec du cérium. On constate un pic de pollution sur le premier micron ce qui est cohérent avec l'existence d'une couche de polissage et avec nos mesures SIMS. La pénétration des polluants induits par le procédé est par contre importante, ce qui implique probablement une pénétration de ceux-ci dans la SSD. Le slurry de cérium de polissage utilisé comporte également un tiers de lanthane, ce qu'on retrouve dans l'interface polie et dans les mêmes proportions. La présence de cuivre et de fer est due aux outillages de surfaçage. Celle de zirconium et hafnium est due à l'utilisation d'un slurry de zirconium avant celui au cérium pour un essai antérieur ; le nettoyage de la machine avait été insuffisant.

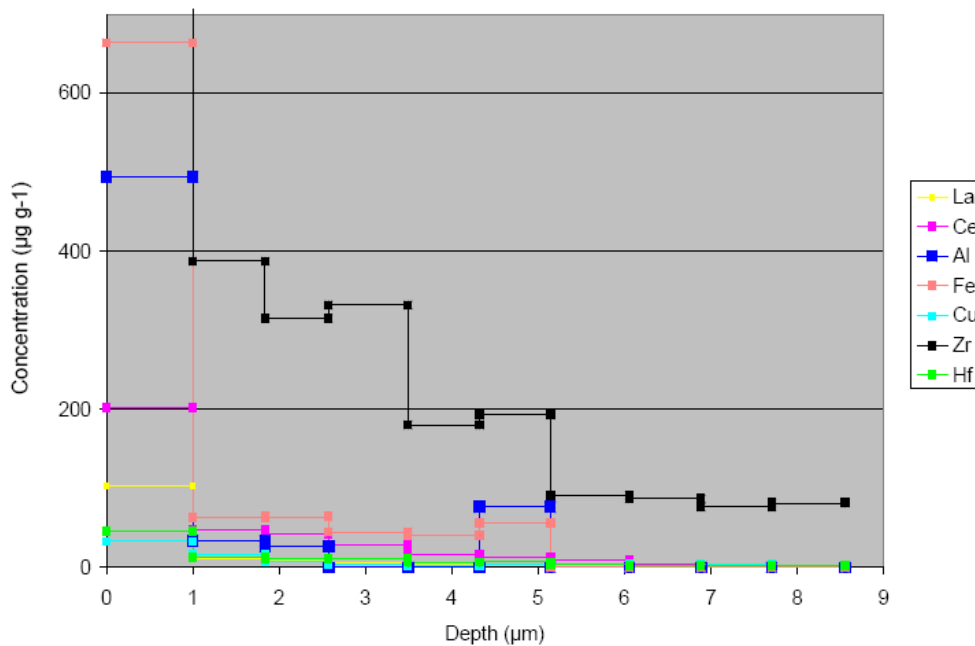


Figure 6 : Pollution de l'interface d'un échantillon de silice poli au cérium - Analyse par technique de dissolution HF couplée à ICP AES [A7]

Nous avons voulu utiliser ce principe de mesure pour tenter de corréler la présence de l'un de ces polluants avec la densité de dommages. Sept échantillons de 100 mm (voir Tableau 2) de diamètre ont été fabriqués par deux polisseurs différents et ont subi pour certains d'entre eux un acidage HF final ou une étape de RIE avec un enlèvement de 2 µm par face. L'idée était de disposer d'un panel d'échantillons avec des natures d'interface aussi variées que possible. Chaque échantillon a été ensuite testé au flux par une procédure raster scan sur l'installation LUTIN du CEA CESTA. La face de sortie endommagée a ensuite été analysée par la méthode d'acidage couplée à ICP-AES précédemment décrite.

N°	Polisseur	Type de liquide de polissage	HF final	RIE
A1	A	CeO <sub>2</sub>		
A2	A	CeO <sub>2</sub>		x
A3	A	CeO <sub>2</sub>	x	
A4	A	CeO <sub>2</sub>		x
B1	B	CeO <sub>2</sub>		
B2	B	ZrO <sub>2</sub>		
B3	B	ZrO <sub>2</sub>		

Tableau 2 : Echantillons polis - combinaisons retenues

La Figure 7 présente l'effet du taux de cérium sur la densité de dommages. La corrélation constatée n'existe que sur le cérium (et le lanthane puisque celui ci est couplé au cérium dans le slurry). Les données sont par contre décorrélées sur le fer, le cuivre et l'aluminium.

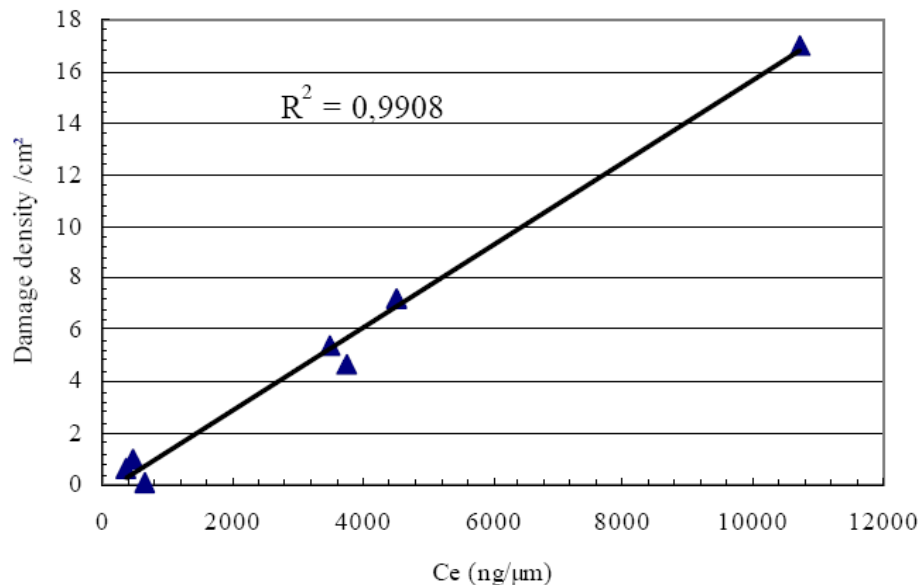


Figure 7 : Effet du taux de cérium sur la densité de dommages 14 J/cm², 3ns, 351 nm [A7]

Il semble donc que, pour les échantillons analysés, le cérium soit impliqué dans le mécanisme d'endommagement. Ce résultat contredit les conclusions de Kozłowski [22] ; mais il est probable que le test R/1 et la méthode d'analyse utilisant le SIMS retenus par cet auteur ne soient pas assez discriminants pour voir cette corrélation. Il confirme par contre les conclusions de Bertussi [23] qui corrèle ses courbes de probabilité d'endommagement à 351 nm sur des surfaces de silice polies à celles mesurées dans les slurries ayant servi à leur fabrication.

Nos résultats ont été obtenus sur des échantillons présentant des densités de l'ordre de 1 à 20 dommages par cm² à la fluence de 14 J/cm², 3 ns. Les efforts faits sur les procédés de polissage de la silice nous ont permis d'améliorer le comportement des échantillons pour obtenir de manière plus courante des densités de l'ordre de 0,1 /cm² à 14 J/cm², 3ns. Nous avons donc voulu de nouveau vérifier l'existence de la corrélation constatée en 2005 [A7] avec ces échantillons de meilleure qualité.

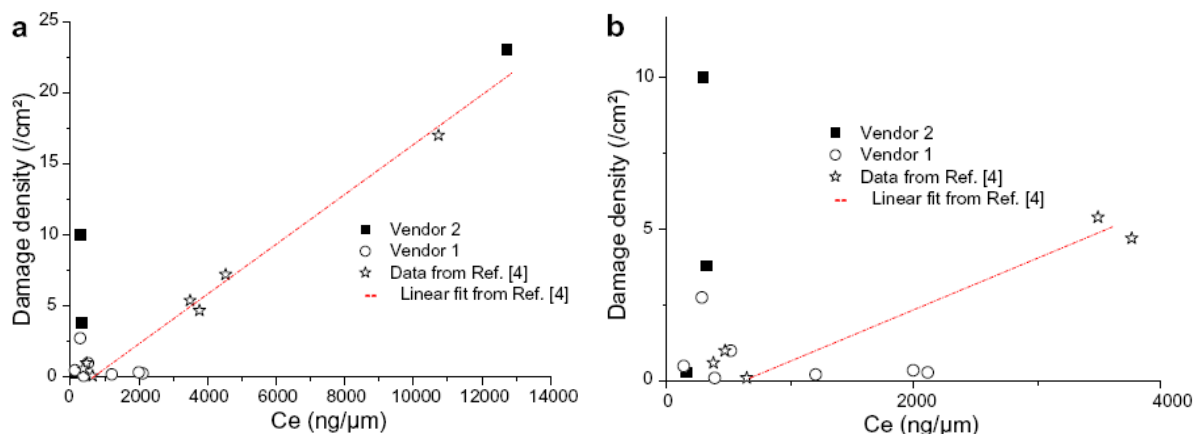


Figure 8 : Effet du taux de cérium sur la densité de dommages à 14 J/cm², 3 ns. Les données en étoiles sont issues de [A7]. (a) comportement général (b) zone de basse concentration en cérium

La démarche reste la même : fabrication de 11 échantillons de 100 mm de diamètre en silice polie par différentes combinaison de procédés, test d'endommagement laser sur LUTIN puis

caractérisation des polluants par méthode de dissolution HF et ICP-AES. La Figure 8 présente les résultats ainsi obtenus.

Les échantillons polis à bas taux de cérium et généralement à basse densité de dommages contredisent nos conclusions de 2005 [A7]. On démontre donc que pour des échantillons à basse densité de dommages la corrélation entre taux de cérium et densité de dommages se perd [A5], comme c'était déjà le cas pour tous les autres polluants analysés auparavant. **Les polluants induits par le procédé de fabrication jouent donc un rôle secondaire dans le mécanisme d'endommagement.** Il nous faut donc chercher ailleurs nos précurseurs d'endommagement. C'est pour cela que nous avons porté nos efforts sur la caractérisation de la SSD (voir §2.1.3.3).

### 2.1.3.2 Polluants provenant du milieu extérieur

Nous nous intéressons maintenant aux dégradations potentiellement induites par les polluants de l'environnement extérieur sur la densité de dommages à 351 nm. En d'autres termes, les performances sous flux laser d'une pièce en silice polie peuvent-elles être dégradées par la présence d'un polluant externe ? Le cas des polluants particuliers ne sera pas traité car S. Palmier, lors de sa thèse passée [24], a démontré leur absence d'effet. Il ne s'agit donc exclusivement ici que de pollution organique. Ces travaux sont réalisés dans le cadre du groupe de travail CEA baptisé PROSPER piloté par I. Tovenat.

L'effet de la contamination organique sur l'endommagement a déjà été étudié, essentiellement pour des lasers à cadence. Les phtalates, siloxanes ou aromatiques ont été identifiés comme responsables d'endommagements laser à des fluences de l'ordre du J/cm<sup>2</sup> dans des domaines infrarouge (1 µm) et visible. Un phénomène de photo-déposition assisté par la haute cadence du laser concentre les molécules sur la surface, engendrant une absorption élevée puis un dommage par rupture thermo-mécanique [25][26]. Nos conditions d'utilisation de composants optiques sont pourtant différentes dans la mesure où nos installations sont quasi-monocoup avec une fluence maximale bien plus élevée à savoir de 14 J/cm<sup>2</sup>; 3 ns à 351 nm. Néanmoins, dans des conditions plus proches des nôtres, Ravel [27] constate une baisse de seuil d'endommagement laser à 1,053 µm de miroirs MLD lors de leur stockage dans des boîtes en polypropylène naturel (PPN), baisse attribuée à de la contamination organique. La thèse de K. Bien Aimée a donc démarré en 2006 sur ce thème.

Deux sources de contamination principales sont identifiées :

- La contamination organique présente dans l'environnement d'utilisation des composants optiques en silice polie. C'est-à-dire le SCF et le nez de chambre de la LIL et du futur LMJ.
- La contamination organique induite par le stockage longue durée des composants dans des boîtes, cadres et autres emballages.

#### 2.1.3.2.1 Contamination organique en utilisation

L'environnement de la LIL a fait l'objet de nombreuses analyses. La présence d'aromatiques, alcanes, alcools, esters, aldéhydes, phtalates et silicones a été démontrée [28]. En particulier, des proportions importantes de dioctylphthalate (DOP) furent constatées. Puisque c'est une molécule facilement condensable, dont l'effet sur l'endommagement laser à 1053 nm avait été vu par Pereira [29], notre étude s'est portée essentiellement sur cette molécule.

Des échantillons polis ont donc été pollués au DOP par deux protocoles afin de tenter d'encadrer au mieux les conditions réelles de pollution des pièces sur chaîne : une pollution en phase gazeuse et une pollution en phase liquide.

Les essais en phase gazeuse ont été faits par chauffage à 70°C de l'échantillon poli en présence de 10 ml de DOP liquide. Après pollution, des mesures AFM et TD-GCMS ont confirmé la présence de DOP sur la surface des échantillons. Des tests d'endommagement ont été conduits sur ces échantillons et comparés à un échantillon de référence comme

l'illustre la Figure 9. Ils montrent que l'effet du DOP déposé en phase gazeuse sur la surface est donc négligeable.

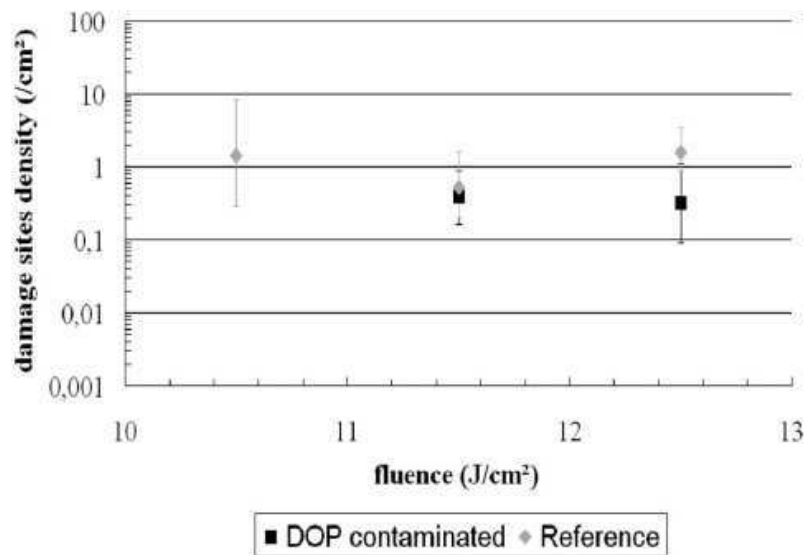


Figure 9 : Effet de la pollution par DOP en phase gazeuse sur la densité de dommage. Raster scan à 351 nm, 2,5 ns

Puisque le DOP est facilement condensable, des essais ont ensuite été menés en phase liquide. Des gouttes de DOP ont donc été déposées par spin coating sur une face d'un échantillon de silice polie. Les gouttes font de 10 à 100  $\mu\text{m}$  de diamètre. L'échantillon a ensuite été testé au flux en mode 1/1 à 351 nm. Deux conditions de tests sont réalisées : gouttes en face avant par rapport au faisceau de test, gouttes en face arrière par rapport au faisceau de test. Dans les deux cas, on constate un endommagement systématique se produisant sous les gouttes (voir Figure 10) à des fluences de 1 J/cm² (gouttes en face avant) et 4 J/cm² (gouttes en face arrière). L'absorption négligeable du DOP à 351 nm ( $0.1 \text{ cm}^{-1}$ ) rend improbable la possibilité d'un endommagement lié à l'absorption. Aussi une hypothèse d'endommagement liée à la morphologie de la goutte agissant comme une lentille pour créer un point chaud proche de la surface a été explorée. Une caractérisation de la morphologie des gouttes par microscopie à balayage laser (Leica DMLM) et de la distance à la surface de chaque dommage par microscopie confocale (Leica DMR SP2) nous a permis de démontrer la validité de cette hypothèse.

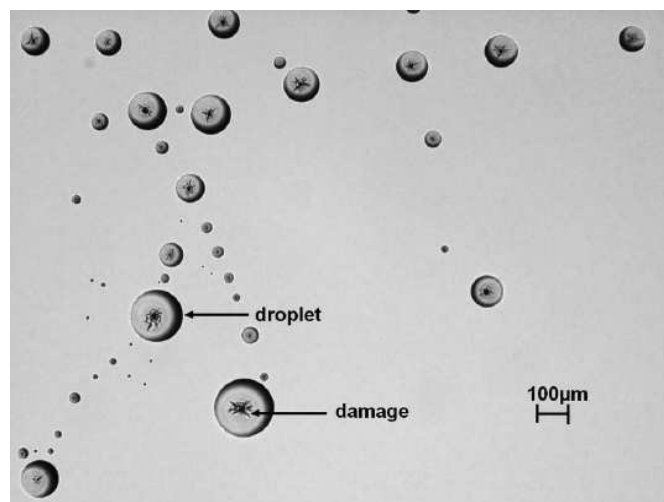


Figure 10 : Echantillon pollué par des gouttes de DOP après test d'endommagement laser. Les dommages apparaissent systématiquement sous les gouttes

**Si le DOP ne peut donc sous phase gazeuse être responsable d'une augmentation de la densité de dommage à 351 nm, en phase liquide, il peut par contre créer un endommagement par effet lentille. Ce phénomène s'étend bien évidemment à toute molécule condensable sous forme de goutte sur la surface.** Par contre, dans le cas de pièces polies traitées sol gel, nous avons montré que la goutte de surface migrerait dans la porosité du sol gel ; il n'y a donc plus de goutte et donc plus d'endommagement dans ce cas particulier. L'ensemble de ces résultats est détaillé dans la référence [A4].

### 2.1.3.2.2 Contamination organique et stockage

Les composants optiques peuvent être stockés plusieurs années avant leur utilisation sur chaîne laser ; et le confinement rend probable l'hypothèse d'une contamination organique des surfaces de composants optiques par les boîtes et éléments de stockage. Sur la base des travaux de Ravel [27], nous nous sommes intéressés à l'effet du stockage en boîte PPN sur la densité de dommage de pièces en silice polie. Un protocole de pollution des surfaces de silice a été retenu. Il consiste à chauffer le composant poli en présence d'une boîte de PPN pendant un cycle de 24h à 70°C. Les analyses GC-MS conduites sur les surfaces polies montrent que certains contaminants dégazés par la boîte (en particulier diéthylphthalate, dibutylphthalate et  $C_{12}H_{24}$ ) se déposent sur les surfaces. Les mesures AFM faites à l'ISM montrent que le dépôt se fait sous forme d'un film liquide en surface de la pièce polie. Le test d'endommagement laser fait sur l'installation LUTIN démontre que les composés déposés en surface augmentent fortement la densité de dommages (Figure 11).

Différents mécanismes physiques ont été étudiés pour expliquer cette augmentation :

- L'absorption tout d'abord : le coefficient d'absorption des molécules déposées est ( $0,02 \text{ cm}^{-1}$  pour le plus élevé) trop faible pour amener un échauffement suffisant pour avoir un endommagement de la silice. Des mesures de photothermie à 350 nm ont été conduites à l'IF sur des échantillons pollués et non pollués sur des zones de  $1 \text{ mm}^2$  avec un pas d'échantillonnage de  $20 \mu\text{m}$ . Cette méthode permet la mesure d'absorptions faibles jusqu'au ppm environ. Les mesures faites confirment qu'aucun signal d'absorption n'est détectable après contamination au PPN de la surface.
- L'endommagement pour des gouttes ensuite : nous avons montré que des gouttes pouvaient induire un endommagement [A4]. Des calculs ont donc été faits pour voir si un phénomène d'électrostriction pouvait regrouper les amas du film de polluant vu par AFM en une macro goutte pouvant créer un dommage, ceci lors du tir laser. Cette possibilité fut néanmoins écartée car le déplacement calculé dans nos conditions expérimentales n'est que de quelques picomètres.

**Il ressort donc clairement que la contamination au stockage peut être responsable d'une augmentation de la densité de dommages à 351 nm et qu'aucun des mécanismes "simples" proposés ne l'explique [A1].** Les travaux actuels portent sur le couplage pouvant exister entre la surintensité créée par le contaminant de surface et un dommage sous surfacique de SSD qui est, comme nous l'avons vu en conclusion du § 2.1.3.1, un initiateur possible de l'endommagement laser.



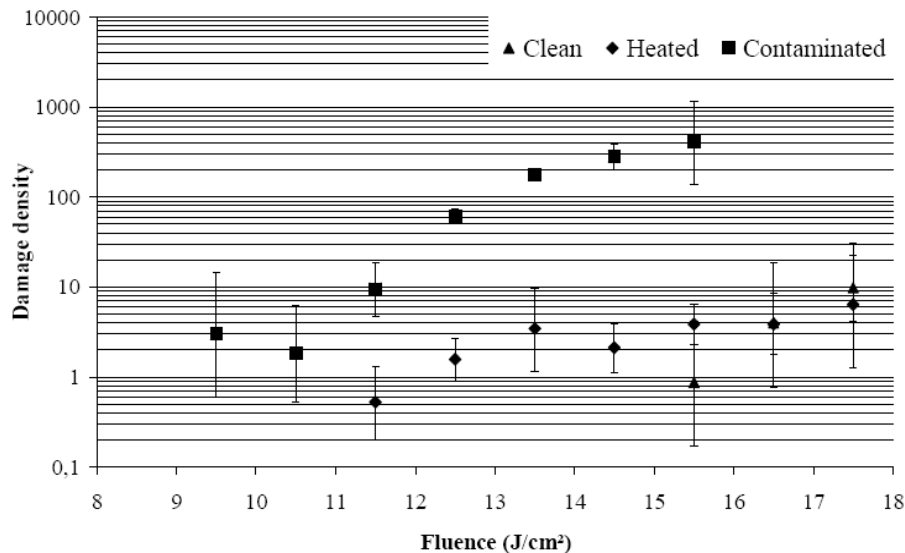


Figure 11 : Effet d'une contamination par boîte PPN réalisée par chauffage sur la densité de dommage à 351 nm, 3 ns comparée à un échantillon de référence nettoyé (clean) et nettoyé et chauffé (heated) [A1]

### 2.1.3.3 Micro fractures sous surfaciques (SSD)

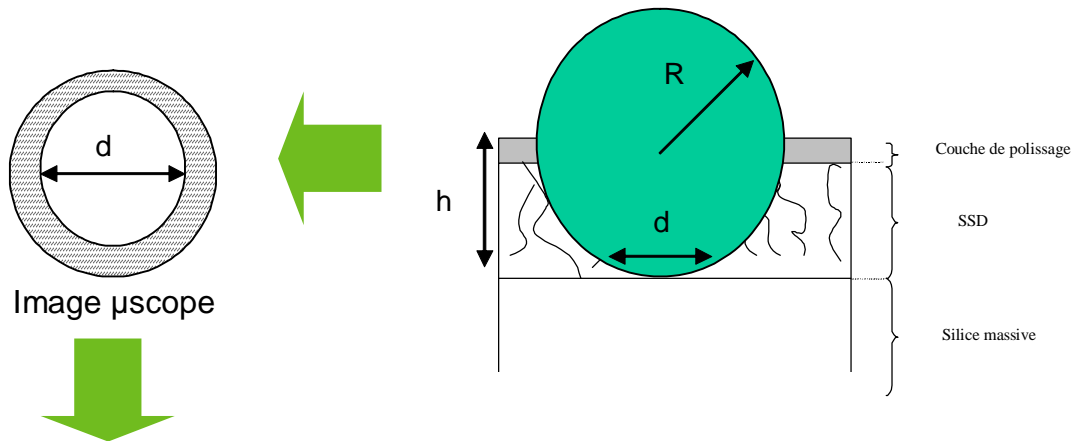
L'existence de fissures profondes dans le verre poli est mise en évidence très tôt par Rayleigh dès 1903 [30]. De nombreuses expériences de révélation de ces fractures par acidage (acide fluorhydrique) de surfaces polies sont mises en œuvre pendant la première moitié du 20ème siècle. Dettman procède à une mesure de ces fractures en 1989 [31]. La présence d'une SSD est évoquée longuement, notamment par Parks lors de la conférence sur la SSD de Tucson en 1990 organisée par l'American Society of Precision Engineering [32].

Nous avons vu que les polluants induits par le procédé de surfaçage jouaient un rôle de second ordre dans l'endommagement laser de pièces polies de bonne qualité. Or des travaux réalisés sur des indentations [33][34] ont montré que celles-ci pouvaient initier des dommages à une fluence proche de 10 J/cm². Enfin, un modèle 1D récent a également été mis sur pied pour expliquer la création du dommage laser à partir d'une fracture sous surfacique [35].

Nous nous sommes donc attachés à pouvoir mesurer la SSD à chaque étape intermédiaire du surfaçage i.e. après ébauchage, après doucissage et ultimement après polissage, le but final étant de pouvoir optimiser un procédé de surfaçage sur cette mesure de SSD et non plus sur un unique critère d'endommagement laser en fin de polissage. Les méthodes de caractérisation de SSD sont la plupart du temps destructives mais des méthodes non destructives peuvent également être utilisées.

#### 2.1.3.3.1 Mesures destructives

Le principe consiste généralement à réaliser une usure locale ou globale sur la pièce pour ouvrir ou révéler les micro-craquelures dont la profondeur peut alors être mesurée. Différents types d'usures ont été étudiés. Carr [36] trempe par exemple les pièces dans un bain de HF avec une profondeur d'usure croissante. Une observation au microscope permet de voir à partir de quelle profondeur les micro craquelures disparaissent totalement et déterminer ainsi la profondeur de la SSD. Une autre méthode plus répandue consiste à polir un coin ("taper") [37] ou une sphère ("Ball dimpling") [38] dans la pièce à qualifier à l'aide d'un outil adapté. Si l'on connaît la forme de l'usure faite, il est possible de remonter à la profondeur de la SSD à l'aide d'une observation microscopique classique (voir schéma ci-dessous).



### Profondeur $h$ de la SSD

Figure 12 : Principe de mesure de SSD par ball dimpling

Randi améliore la méthode de ball dimpling en remplaçant le polissage mécanique par un polissage réalisé sur une machine de MRF [39]. Cette méthode est elle-même étendue sur une plus grande surface par Suratwala [40] en générant une forme de prisme toujours par procédé MRF pour révéler les fractures (technique dites de "MRF taper", voir Figure 13).

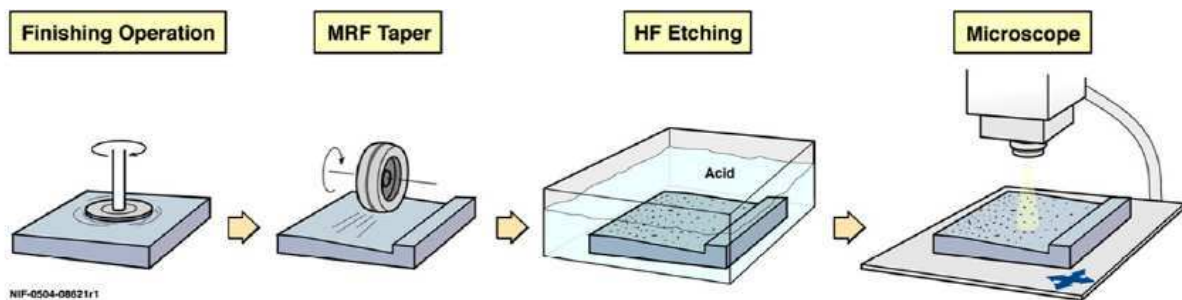


Figure 13 : Principe du MRF taper [40]

Précisons que l'ensemble de ces mesures se pratiquent sur des pièces non transparentes ébauchées ou doucies. Elles ne sont pas exploitables après polissage compte tenu de la faible densité de fractures sous surfaciques. Les auteurs tentent généralement d'établir un lien entre la rugosité de surface pic à pic ( $R_t$ ). Le Tableau 3 montre que cette relation de proportionnalité est extrêmement variable suivant les pièces contrôlées et la nature des méthodes de mesure retenues.

## 2.1 Surfaçage

Ref.	Relation	Type de mesure de rugosité	Type de mesure de SSD	Type d'échantillons	Matière des échantillons
Hed [35]	$SSD_{depth} < 4 R_t$	Profilomètre mécanique	Polissage d'un coin	Doucissage abrasif libre	BK7, silice Zerodur
Randi [37]	$SSD_{depth} < 1.4 R_t$	Interférométrie lumière blanche	MRF dimpling	Usinage diamanté	BK7, BSL7, Silice, Si, LiNbO <sub>3</sub> , CaF <sub>2</sub> , MgF <sub>2</sub>
Suratwala [38]	$SSD_{depth} < 9,1 R_t$	Profilomètre mécanique	MRF taper	Usinage diamanté, doucissage abrasif libre	Silice

Tableau 3 : Lois empiriques pour estimation de la SSD

Nous avons voulu pour notre part comparer certaines de ces méthodes de mesure sur des pièces ébauchées, ce travail est fait dans le cadre du stage CFA de J. Cayeux puis principalement J. Destribats. Les méthodes retenues sont les suivantes : MRF dimpling, MRF taper et estimation de la SSD à partir de la rugosité de surface en se basant sur la relation de Suratwala ( $SSD = 9,1 R_t$ ) [40].

Ces mesures sont complétées par deux autres développées par nos soins au sein du groupe de travail CASIMIR et utilisant de l'acide fluorhydrique :

- La première, dite de "suivi de topologie HF", consiste à suivre à l'aide d'un palpeur mécanique (PHYNIX TR200), l'évolution de la rugosité  $R_t$  de surface lors d'acidages successifs de la surface à analyser. Wong a montré qu'en partant d'un réseau de fracture préexistant, l'acidage étant isotrope, la rugosité  $R_t$  augmente jusqu'à un plateau pour décroître ensuite [41]. La valeur de la rugosité  $R_t$  mesurée sur ce plateau est directement égale à la profondeur de SSD.
- La seconde consiste à suivre la décroissance des polluants mesurés par ICP-AES lors de trempages successifs de la surface à caractériser dans un bain de HF, comme détaillé dans 2.1.3.1. On fait alors l'hypothèse que les polluants induits par le procédé se fixent sur la SSD ; ils sont donc utilisés comme marqueurs. Dans le cas, où les surfaces sont peu polluées, on ajoute du baryum lors du surfaçage pour forcer la pollution de l'interface. Celui-ci agit alors comme un marqueur et peut être suivi dans l'interface à caractériser avec une bonne détectivité.

Ces méthodes ont été comparées sur 11 pièces de diamètre 100 mm ébauchées par usinage diamanté avec des meules de granulométrie différentes (D181, D64 et/ D20) afin d'obtenir des états de surface différents. **Le Tableau 4, issu de [A2] montre les résultats que nous avons pu obtenir. On constate que les différentes méthodes donnent des résultats tout à fait cohérents et confirment la relation de Suratwala en  $9,1 R_t$ . En outre, la validité des méthodes de mesure à base d'acidage HF est démontrée.**

Ce travail a été conduit sur des pièces ébauchées. Une transposition expérimentale aux pièces doucies est en cours car dans ce cas les conclusions de Hed [35] et de Suratwala [38] sont contradictoires bien que les méthodes de mesure et matériaux considérés soient identiques. Il sera donc intéressant de voir la relation entre profondeur de SSD et  $R_t$  que nous trouverons.

N°	9,1 R <sub>t</sub>	MRF Dimpling	Suivi topologie HF	Dissolution HF & ICP	MRF taper microscopy / confocal
S1	119,02	111,1	-	-	-
S2	87,99	-	117,9	110	-
S3	26,93	24,2	-	-	-
S4	26,39	-	-	-	21 / 28
S5	21,84	-	20,4	25	-
S6	55,69	51,9	-	-	-
S7	56,23	-	35,7	52	-
S8	2,64	-	-	-	2 / 2
S9	11,19	-	9,3	14	-
S10	12,01	-	-	-	7 / 10
S11	8,55	-	8,2	9,5	-

*Tableau 4 : Mesures de profondeurs de SSD (en  $\mu\text{m}$  [A2]) par différentes méthodes sur 11 échantillons ébauchés par usinage diamanté. Dans le cas du MRF taper la surface est observée par microscopie optique, une mesure par microscopie confocale est également faite pour une meilleure détection des fractures*

### 2.1.3.3.2 Mesures non destructives

Nous avons désiré compléter les mesures précédentes par une mesure "non destructive" par microscopie confocale. Les méthodes destructives ne donnent qu'une valeur maximale de la SSD. L'intérêt potentiel de la microscopie confocale est de pouvoir sonder l'interface de l'échantillon en profondeur de manière non destructive. Le champ est par contre relativement réduit ( $1\text{ mm}^2$ ) mais la résolution est élevée (de l'ordre de  $100\text{ nm}$  suivant les trois axes). La microscopie confocale a été réalisée sur la Plateforme d'Imagerie Cellulaire de l'Institut des Neurosciences (PICIN) de l'Université Victor Segalen Bordeaux 2. L'appareil utilisé est un microscope confocal de type Leica DMR TCS SP2 fonctionnant dans le visible (longueur d'onde minimale de  $405\text{ nm}$ ). Il présente l'intérêt de pouvoir réaliser des images bien résolues ( $1024 \times 1024$  points sur  $70 \times 70\mu\text{m}^2$ ) et sur des profondeurs allant jusqu'à  $200\mu\text{m}$  environ par pas de  $100\text{ nm}$ . Les premiers essais ont été faits dans le cadre du stage de C. André, en collaboration avec l'ICMCB. Ils ont ensuite été poursuivis dans le cadre du projet EFESO. Nous exposons ici les résultats les plus marquants obtenus.

Des essais sur pièces ébauchées ont été faits. La rugosité importante de surface diffuse la lumière du laser d'éclairage et rend l'observation directe par microscopie confocale impossible. Divers échantillons spécifiques permettant ce type de mesure ont donc été fabriqués.

Des pièces ébauchées sur machine d'usinage diamanté avec différentes granulométries (D181, D64 et D20) ont été polies localement avec une machine de MRF de façon similaire à ce que nous faisons lors du MRF dimpling (voir §2.1.3.3.1). Il est alors possible de faire des observations dans l'empreinte de MRF ainsi obtenue puisque la rugosité est abaissée par ce procédé de polissage local. Les mesures de microscopie confocale sont faites en mode fluorescence avec une excitation à  $405\text{ nm}$  et en mode réflexion à  $458\text{ nm}$ . **Nous constatons que la SSD est observable par ce moyen et qu'il existe une fluorescence de la SSD** comme l'illustre la Figure 14.

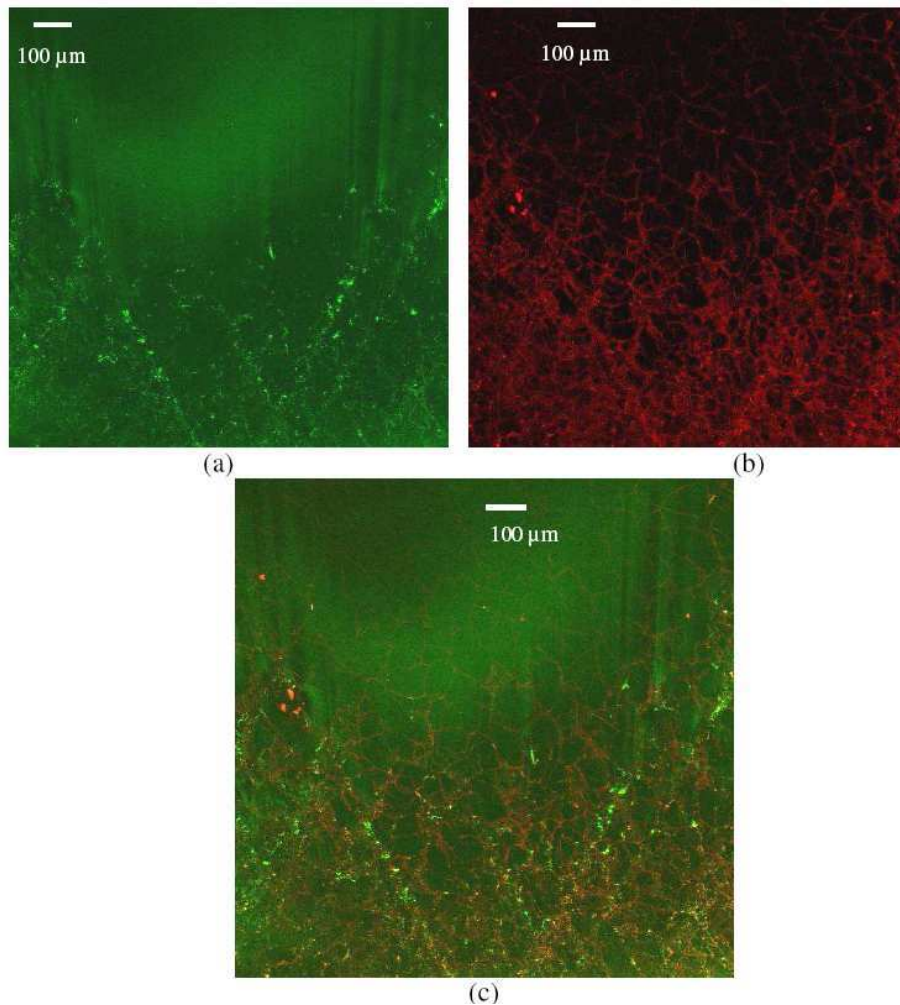


Figure 14 : Image réalisée en vue de dessus dans un spot de MRF sur un échantillon ébauché au D64. (a) Réflexion à 458 nm (b) Fluorescence dans la bande (435 – 661 nm), excitation à 405 nm (c) Superposition des images (a) et (b) [A3]

Un autre type d'échantillon a également été fait pour permettre des images 3D de meilleure qualité (voir Figure 15). Deux pièces en silice polie de diamètre 50 mm, épaisseur 3 mm sont collées. L'une des faces est ébauchée avec une meule D181 sur une machine d'usinage diamanté ; 2 mm environ sont enlevés. L'ensemble est alors décollé puis la face ébauchée est collée sur un nouvel échantillon poli. La face arrière de l'échantillon ébauché ainsi exposée est ensuite amincie grâce à de l'acide fluorhydrique. C'est cette face qui peut alors être observée par microscopie confocale.

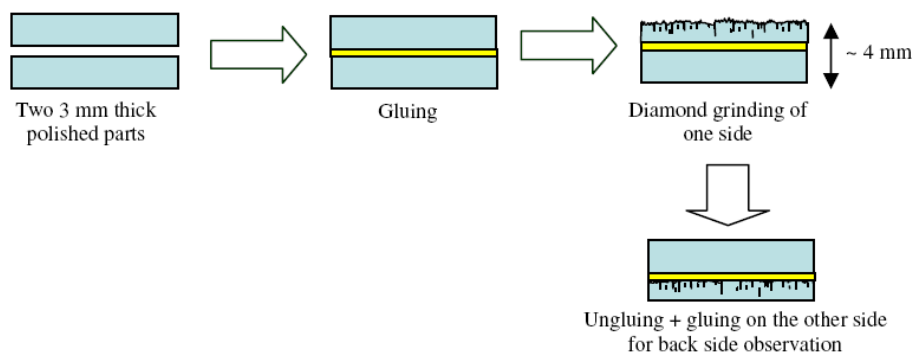


Figure 15 : Echantillon pour observation de SSD par microscopie confocale sur pièce ébauchée - Principe de fabrication [A3]

La Figure 16 montre le type d'image qui peut être obtenu. Un film est également visible dans l'article [A3] qui synthétise ces résultats. On observe bien la structure 3D de la SSD avec une

morphologie en étoile du réseau de fractures cohérente avec les observations destructives tranche par tranche faites par Menapace [42].

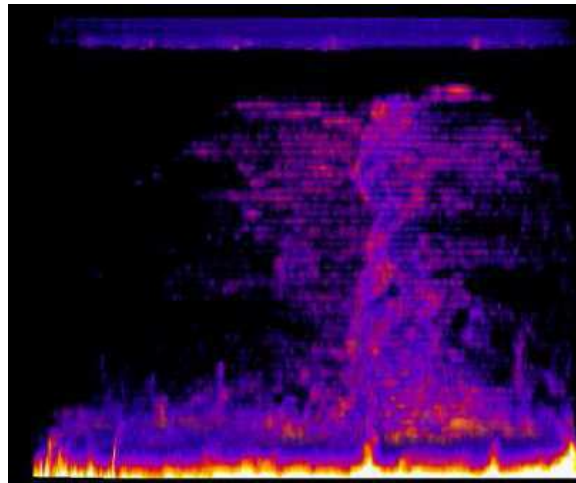


Figure 16 : SSD observée par microscopie confocale sur pièce ébauchée par meule D181, fluorescence dans la bande (435 - 661 nm) pour une excitation à 405 nm – Zone de 200 x 200 x 200  $\mu\text{m}^3$

Des spectres ont également été faits sur les zones fluorescentes de la SSD de ces échantillons avec différentes longueurs d'ondes d'excitation. La Figure 17 montre l'allure typique de ceux-ci.

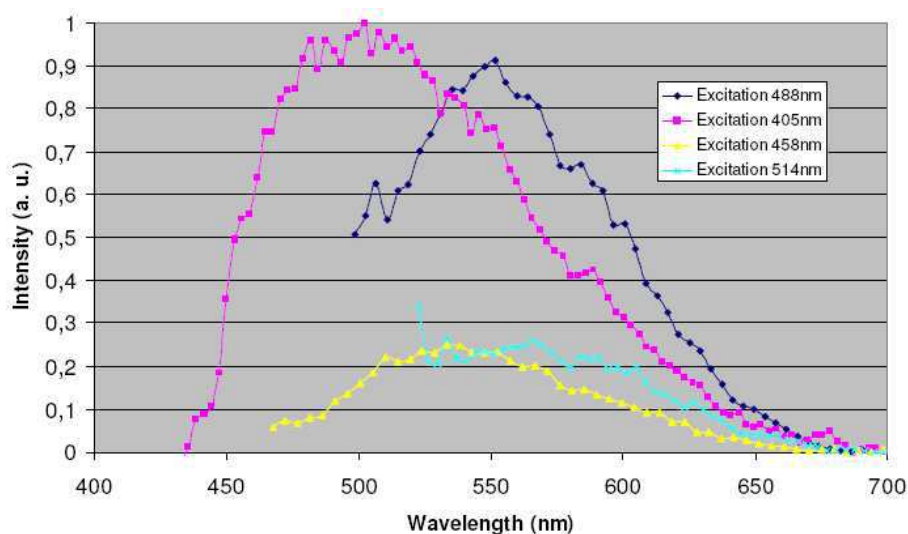


Figure 17 : Spectre mesuré sur la SSD de l'échantillon ébauché à la meule D181 présenté sur la figure précédente

Nous avons tenté de corrélater ces spectres avec ceux mesurés sur les différents produits utilisés pour la fabrication de ces pièces (huile de coupe en particulier). Les résultats, positifs dans la mesure où le spectre de l'huile de coupe se superpose parfaitement à celui de la SSD, doivent être néanmoins tempérés par le fait que la réponse du spectromètre n'a pas été prise en compte sur ces mesures. Ces travaux doivent donc être poursuivis (voir §2.1.5).

Nous avons également tenté de faire des mesures sur des pièces doucies. La faible densité de fractures et la faiblesse des signaux de fluorescence rendent la mesure plus difficile que dans le cas qui précède. Quelques images ont néanmoins pu être obtenues comme l'illustre la Figure 18 faite sur une pièce doucie à l'ICMCB à l'alumine 30 $\mu\text{m}$  sur machine LOGITECH PM5 puis polie légèrement à la main au papier P4000 pour écrêter la rugosité de surface.



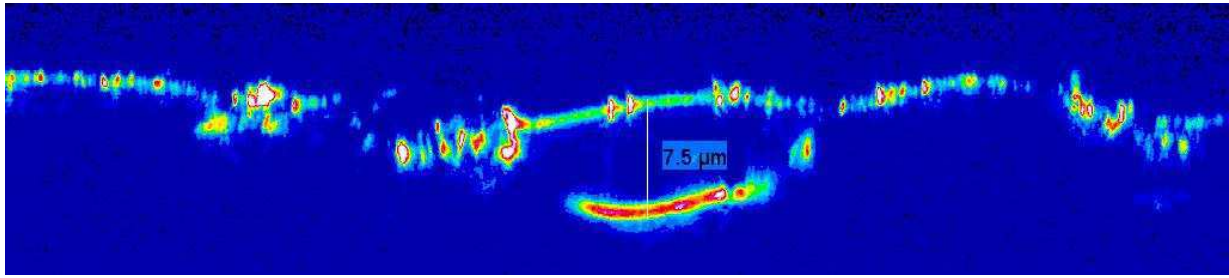


Figure 18 : Echantillon douci au 30μm + poli P4000 (2μm), coupe z en mode fluorescence avec excitation à 405 nm

**Une fluorescence identique à celle constatée sur pièce ébauchée est mise en évidence. Les considérations sur la non correction de la réponse du spectromètre s'appliquent néanmoins.**

Notons également que des tentatives de marquage de la SSD ont été réalisées pour faciliter leur observation. Le principe est similaire à ce qui est fait en biologie. Le marqueur (lucifer yellow ou Qdot) est ajouté dans le produit de doucissage pendant la fabrication de la pièce afin que celui-ci pénètre dans l'interface et marque la SSD. Les différents essais menés se sont pour l'instant révélés infructueux, probablement à cause de concentrations trop faibles en marqueur. Nous poursuivons malgré tout les essais dans cette voie.

### 2.1.4 EFFET DES PROCÉDES DE SURFAÇAGE

Des moyens de fabrication instrumentés ont pu être installés au CEA et à l'université Bordeaux 1 pour compléter les travaux industriels grâce au soutien de la Région Aquitaine et au projet EFESO (§3.2.6). Puisque les micro-fractures sont au cœur de nos préoccupations, nous allons tenter de comprendre les paramètres qui gouvernent leur création lors des deux étapes du surfaçage les plus créatrices de SSD que sont l'ébauchage par usinage diamanté et le doucissage. S'agissant de travaux relativement récents, seul le contexte et le principe des études initiées sont exposés.

#### 2.1.4.1 Ebauchage par usinage diamanté

Une thèse en collaboration avec le LMP et le LGM2B (J. P. Champreux) a été démarrée en 2007 sur le thème de l'usinage diamanté et de la création de SSD lors de cette étape du surfaçage. Dans ce cadre, nous avons acquis, recetté et installé à l'IUT de Génie Mécanique de Bordeaux une machine d'ébauchage de marque OPTOTECH, modèle CNC500 2C, permettant l'ébauchage par meule diamantée de pièces jusqu'à 500 mm de diamètre. L'usinage se pratique en meulage boisseau sur cette machine, de manière similaire à ce qui est pratiqué chez les fabricants d'optiques.



Figure 19 : OPTOTECH CNC 500 2C - Machine installée (gauche) Meule et granit porte pièce pour meulage boisseau (droite)

Cette machine est spécialement équipée d'un système permettant la mesure des 6 composantes des actions mécaniques appliquées par la meule sur la pièce (dynamomètre à forte dynamique). La conception de ce capteur est terminée et sa recette et calibration sont en cours [C8]. Les essais tentant de corrélérer les efforts mesurés par le capteur avec la profondeur de SSD, telle que mesurée par différentes méthodes (§2.1.3.3) vont démarrer à l'automne 2010. Il s'agira de déterminer la combinaison des paramètres de coupe optimum conduisant à une réduction de la SSD. L'influence de la meule (composition, liant, concentration, ...) sera également étudiée puisque les essais seront conduits avec des meules diamantées, spécifiquement fabriquées par ASAHI DIAMOND.

### 2.1.4.2 *Doucissage*

#### 2.1.4.2.1 *Essais technologiques*

Une machine LOGITECH PM5 a été installée au CEA. Cette machine permet le doucissage et le polissage simple face d'échantillons plans jusqu'à 83 mm de diamètre (Figure 20)

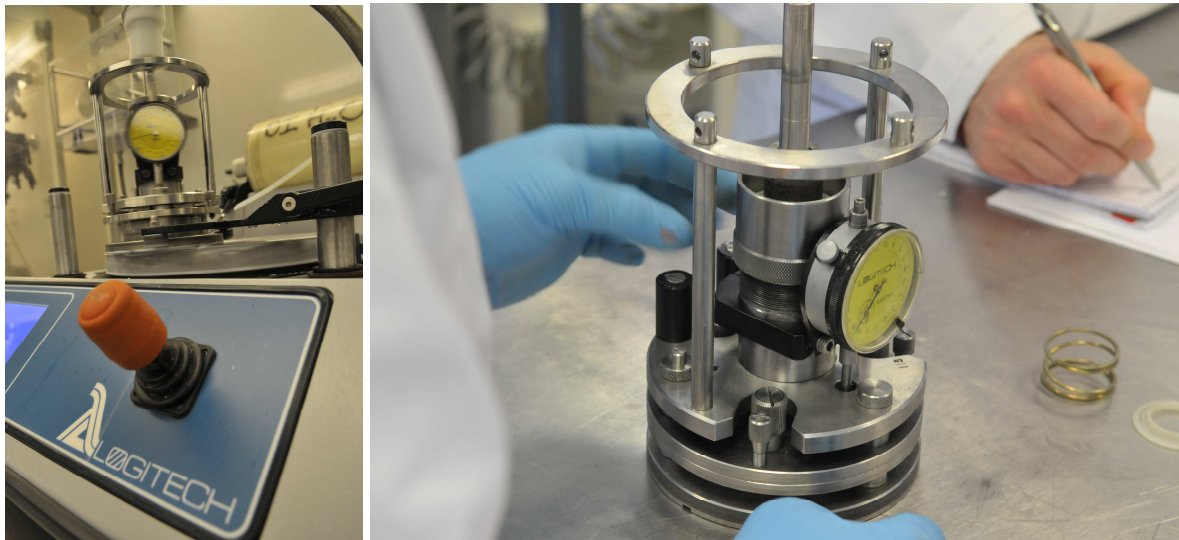


Figure 20 : LOGITECH PM5. Vue d'ensemble (gauche) Système de maintien du composant en doucissage/polissage nommé "jig" (droite)

Cette machine est actuellement utilisée dans le cadre du CFA de J. Destribats pour comparer l'effet des conditions de doucissage (pression, vitesse de rotation, concentration de slurry et type de slurry) sur la profondeur de SSD. Ces mesures doivent également être corrélées avec les mesures de granulométrie et de forme de particule faites respectivement en granulométrie laser et MEB. Un grand nombre de références de produit de douci a été approvisionné pour cette étude. Les produits diffèrent par leur nature ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  ou  $\text{SiC}$ ) et leur granulométrie ( $30\mu\text{m}$  à  $2\mu\text{m}$ ). La Figure 21 montre la granulométrie comparée de quelques poudres utilisées, on constate qu'à granulométrie donnée annoncée par le fournisseur, les granulométries moyennes réelles peuvent varier de façon sensible. Il est donc intéressant de vérifier si des différences seront constatées sur les pièces fabriquées.

Nous sommes également en train de concevoir en collaboration avec le LAMEFIP un système de maintien de pièce (jig) modifié pour permettre une mesure en dynamique des vitesses de rotation du jig, pression exercée sur la pièce et épaisseur du film de slurry entre pièce et plateau. Ce jig modifié permettra d'acquérir des données expérimentales fiables qui pourront être exploitées dans les travaux de modélisation que nous décrivons ci après.



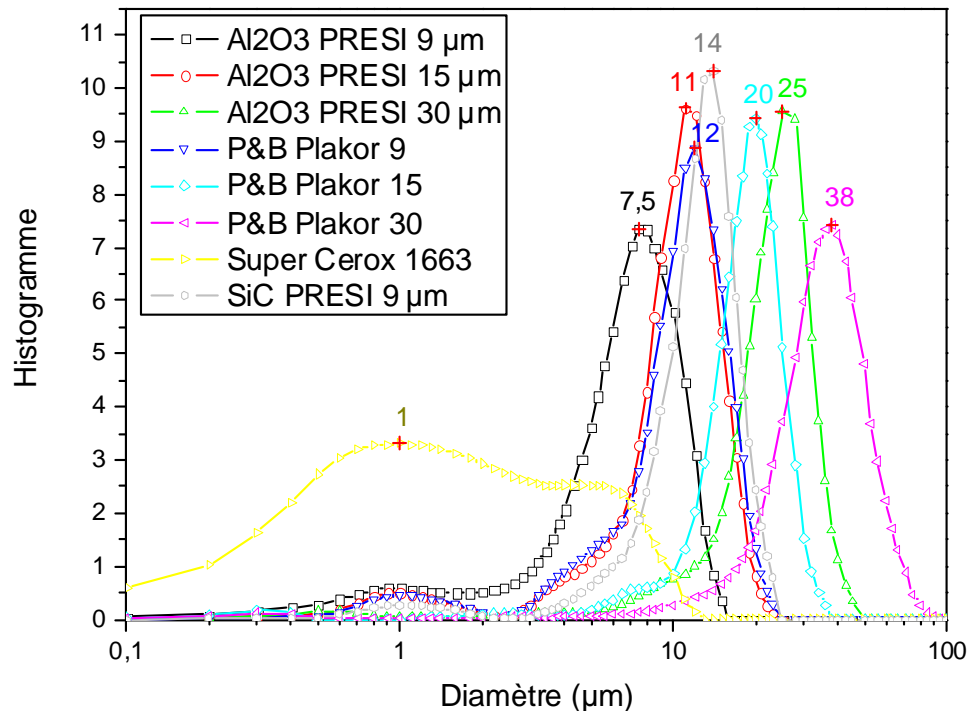


Figure 21 : Répartition des diamètres de particules de poudres de SiC et Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (douceissage) et Cerox 1663 (cérium de polissage) mesurées par granulométrie laser

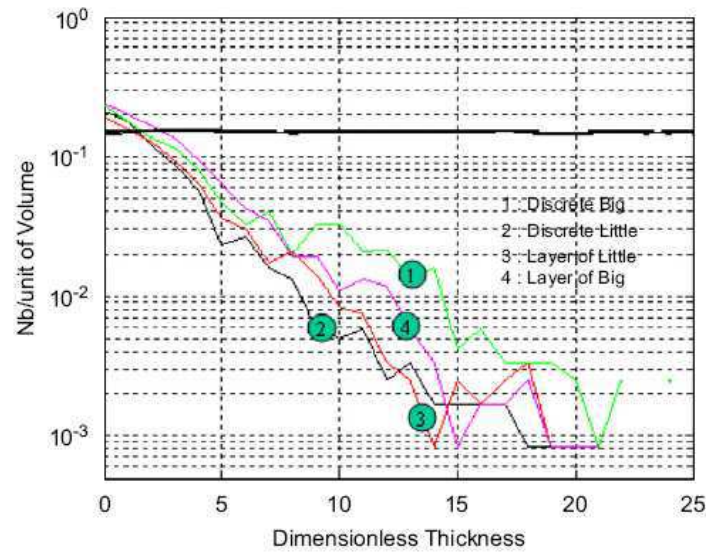
### 2.1.4.2.2 Modélisation numérique

Nous avons vu que la plupart des auteurs lient la profondeur de SSD avec la topologie de surface de l'échantillon et plus particulièrement la rugosité pic à pic ( $R_t$ ). La constante de proportionnalité qui relie ces deux grandeurs est souvent justifiée théoriquement par un raisonnement qui assimile le douceissage à l'action d'un indenteur. Surattwala utilise cette approche avec l'analogie à une indentation dynamique avec un mouvement de translation pour évaluer analytiquement ce facteur de proportionnalité [40]. La constante calculée ainsi est 50% inférieure à celle de l'expérience. Si on peut ainsi obtenir un premier ordre de grandeur, il nous semble que, par une approche numérique plus précise, il serait possible de mieux comprendre ce qui se passe lors de l'enlèvement.

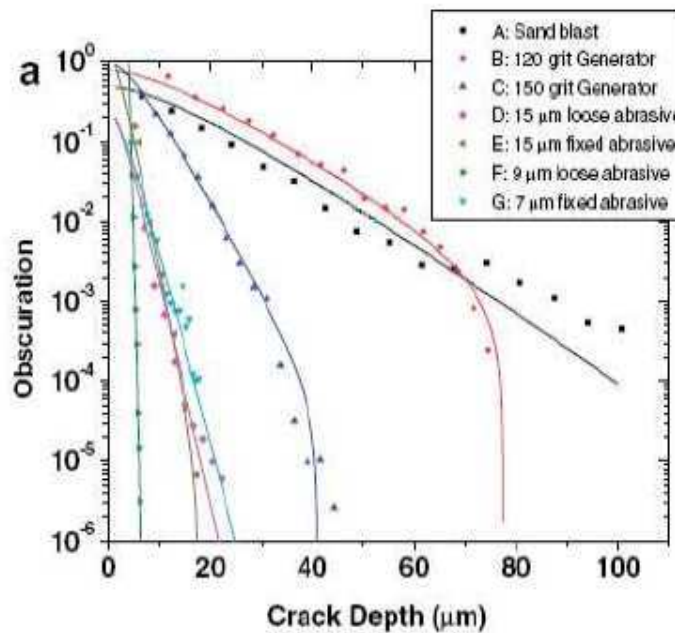
C'est ainsi que le LAMEFIP nous a proposé une démarche de modélisation par éléments discrets permettant de simuler le comportement mécanique de la silice, y compris la fracturation. L'idée est ici de pouvoir simuler la multi-fracturation, le détachement de matière et le transport de celle-ci avec un outil numérique permettant à la fois une analyse locale fine et la simulation d'une zone représentative de l'échantillon. Des premiers essais ont été faits en ce sens dans le cadre du stage de A. Battentier. Dans un premier temps, il s'agit de considérer le douceissage par abrasif libre (particules sous forme de plaquette pour simuler l'alumine) d'un échantillon dont le comportement physique n'est pas calé sur celui de la silice. Il s'agit néanmoins d'un matériau élastique fragile. Lors du douceissage numérique de cet échantillon, **on constate l'apparition d'une zone fracturée dont la décroissance en profondeur est similaire à celle constatée expérimentalement pour la silice [A6]**. La Figure 22 montre ce premier résultat.

Compte tenu de ces premiers résultats, une thèse a été démarrée en 2008 avec le LAMEFIP (D. André). Il s'agira de reprendre ces premiers travaux et de s'attacher en particulier à simuler un matériau s'approchant au mieux de la silice. Les lois d'interactions inter-éléments seront donc choisies de façon à retrouver le comportement physique de la silice à l'échelle des milieux continus. Outre le calage des propriétés macroscopiques du matériau (module d'Young, coefficient de poisson...), ceci sera mené grâce à des expériences tant numériques que "réelles" de type indentation, essai brésilien, ... etc. Des essais numériques pourront

alors être réalisés grâce aux paramètres déterminés par le jig instrumenté et comparés aux expériences sur LOGITECH PM5 décrites précédemment.



(a)



(b)

Figure 22 : (a) Décroissance de la SSD (Nb de joints cassés par unité de volume) simulée par éléments discrets lors du doucissage d'un matériau élastique fragile avec différents types de répartitions de diamètres et concentrations d'abrasifs, grandeurs adimensionnées [A6] (b) Décroissance de la SSD en fonction du procédé de doucissage mesurée expérimentalement d'après [40]

### 2.1.5 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les efforts faits en terme de caractérisation de la surface de silice (§2.1.3.1), associés aux travaux récents de modélisation de l'endommagement [35], nous montrent le rôle prépondérant joué par les micro fractures dans l'initiation de dommages sous flux laser à 351 nm. La connaissance des mécanismes n'est pas encore complète et la nature même des défauts au sein de la SSD aboutissant au phénomène d'initiation reste encore imparfaite. Nos travaux en microscopie confocale ont mis en évidence une luminescence de la SSD. D'autres travaux montrent également une luminescence de dommages ou d'indentations lors d'une excitation à 351 nm [43]. Une meilleure connaissance de la

luminescence de ces défauts sous surfacique permettrait très certainement de compléter les travaux de modélisation. C'est pour cela qu'une thèse (J. Fournier) sur ce thème a été démarrée en 2008 en collaboration avec l'ICMCB.

Du point de vue de la caractérisation de l'interface de silice, les études présentées vont se poursuivre en s'intéressant notamment au marquage par fluorophore pour le doucissage ainsi qu'à la mesure de SSD après polissage, point qui n'a pas été traité pour le moment.

En ce qui concerne les procédés de surfaçage en eux même, nous pensons qu'une meilleure compréhension de la physique de l'enlèvement matière lors du surfaçage permettra un nouveau gain. L'installation et l'instrumentation de différents moyens de fabrication (machine d'usinage OPTOTECH, polisseuse PM5), couplée aux études de modélisations devraient permettre d'aller dans ce sens.

Enfin, si nous nous sommes attachés uniquement ici au surfaçage de la silice, Il faut souligner que ces travaux peuvent voir à terme leur application dans d'autres domaines et en particulier dans celui de la fabrication des segments de télescope pour ELT. Quelques milliers de ces segments de taille proche du mètre seront nécessaires pour la réalisation de ces programmes. Or, ici aussi la SSD est un problème car génératrice de défauts d'aspect incompatibles de l'utilisation finale du segment. Là encore, caractérisation, modélisation et meilleure compréhension du surfaçage seront probablement nécessaires sur un matériau différent (zerodur probablement).

## 2.2 COMPOSANTS DIFFRACTIFS – RESEAUX DE DIFFRACTION

Le réseau de diffraction est un composant optique utilisé depuis plus d'un siècle, sa grande dispersion en fait un composant de choix en spectroscopie. Il est exploité dans de vastes domaines, de l'analyse de composés chimiques aux télécommunications optiques. Un réseau est un composant optique constitué d'une structure périodique ou quasi périodique régulière dont la période est proche de celle de la longueur d'onde utilisée. Cette structure périodique diffracte la lumière suivant différents ordres dont la direction vérifie la loi des réseaux :  $\sin(i_2) + \sin(i_1) = -p \cdot \lambda / \Lambda$  ( $p$  est l'ordre de diffraction,  $\Lambda$  le pas de la structure périodique et  $\lambda$  la longueur d'onde, voir Figure 23)

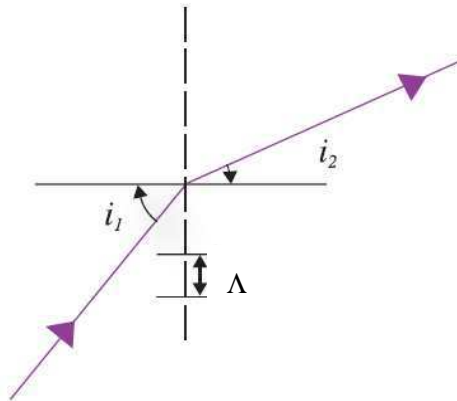


Figure 23 : Loi des réseaux

On numérotera les différents ordres du réseau comme spécifié sur la Figure 24; les ordres transmis sont notés "T" et les ordres réfléchis sont notés "R".

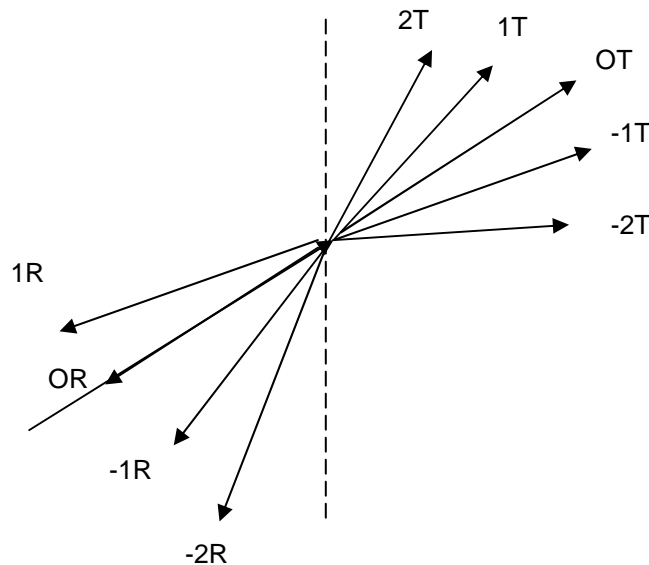


Figure 24 : Dénomination des ordres

Les réseaux peuvent être classés dans de multiples catégories suivant la nature de la structure périodique, leur fonctionnement, etc... Une tentative de classement des différents types de réseaux, proposée par Loewen [20], est représentée sur la figure qui suit.

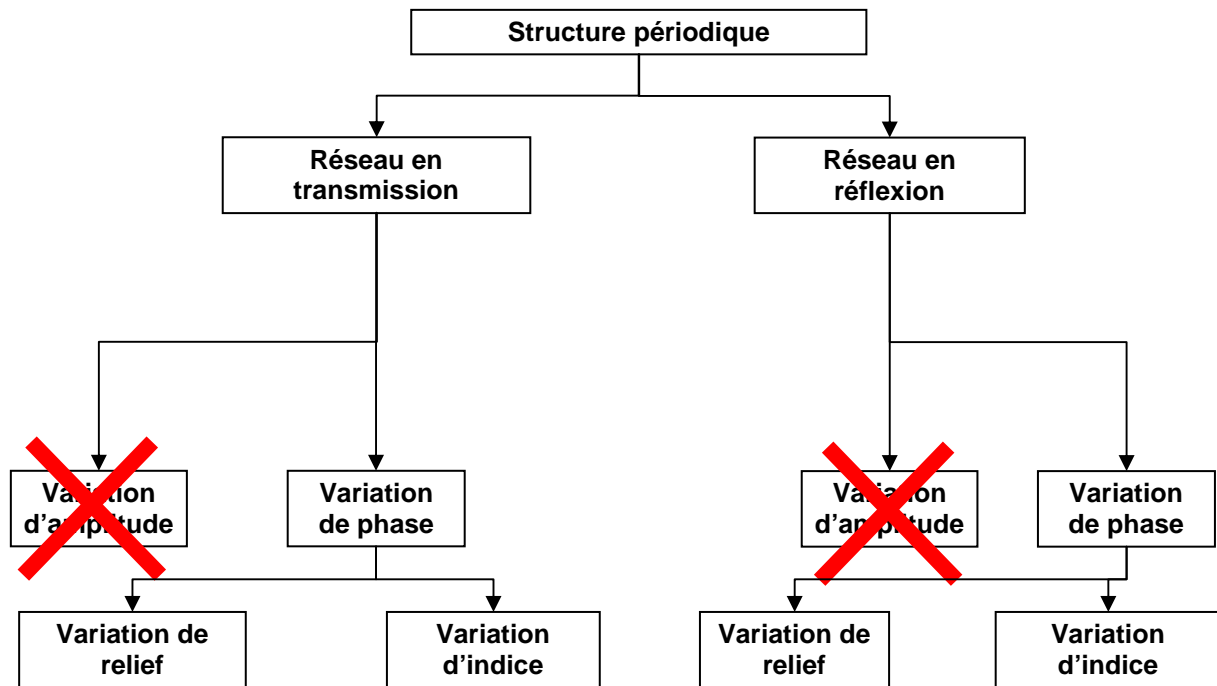


Figure 25 : Classement typologique des différents types de réseaux

Les deux classes principales de réseaux comprennent les réseaux par transmission et ceux par réflexion. On peut tenter ensuite de distinguer les réseaux d'amplitude, de phase et à variation de relief. Nous adopterons cette typologie dans la suite de ce chapitre, même si cette classification n'est pas univoque et prête donc parfois à confusion (voir Figure 26 issue de [3]). Dans le cas qui nous intéresse, celui de composants optiques dédiés à des installations lasers de puissance et devant donc soutenir de forts flux lasers, toute source d'absorption doit être évitée. Aussi, nous ne nous intéresserons pas aux réseaux d'amplitude (Figure 26 b et Figure 26 d) mais exclusivement aux réseaux de phase qu'ils soient à variation d'indice (hologramme de volume, Figure 26a) ou variation de relief (réseau lamellaire par exemple, Figure 26c) et ce en réflexion comme en transmission.

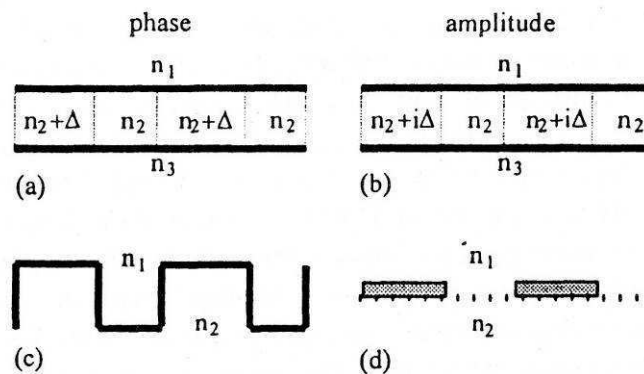


Figure 26 : Réseau de phase (a, c) d'amplitude (b, d) – Réseau de phase (a, b) et à variation de relief (c, d) [3]

Si, comme nous l'avons noté en préambule, les réseaux sont utilisés dans de nombreux domaines de l'optique, la mise en œuvre de réseaux de grandes dimensions dans les lasers de forte puissance reste moins connue et plus récente. Néanmoins, de tels réseaux ont été implantés avec succès sur diverses installations. Les développements que nous avons menés dans ce domaine sont détaillés dans les paragraphes qui suivent. Nous présenterons en premier lieu les travaux menés sur les réseaux de transmission pour les installations laser LIL et LMJ. S'agissant de développements essentiellement industriels, l'exposé sera

relativement bref et peu disert quant aux détails technologiques. Puis nous passerons aux lasers de puissance délivrant des impulsions ultracourtes en régime femtoseconde. Les techniques de l'amplification par impulsions à dérive de fréquence (variation linéaire de la fréquence au cours de l'impulsion) introduites dans le milieu des années 1980 ont conduit à la production d'intensités 1 000 à 10 000 fois plus fortes que sur les lasers nanoseconde ouvrant la voie à de nouvelles applications et expériences. Cette classe de laser de puissance fait appel à des réseaux pour comprimer les impulsions. De nombreux travaux ont été réalisés cette dernière décennie pour ce type de réseaux et des progrès importants restent à faire afin de répondre aux demandes croissantes des futures installations.

Pour chaque cas de figure que nous détaillons, nous avons systématiquement envisagé l'utilisation des différents types de réseaux existants tels que décrits sur la Figure 25. Lorsque la solution envisagée n'est pas viable pour notre besoin, nous nous bornons à en expliquer les causes ; dans le cas contraire, les travaux, et études mis en place pour approfondir le cas sont détaillés. Enfin, précisons que ces travaux s'inscrivent systématiquement dans le cadre de projets de construction d'installations laser de puissance avec des jalons et livraisons de composants. Aussi certaines solutions, même si elles peuvent paraître attrayantes n'ont parfois pas été instruites complètement car incompatibles avec les plannings considérés.

### 2.2.1 RESEAUX DE TRANSMISSION LIL ET LMJ

Les installations lasers de fusion de type LMJ [1] ou NIF [2] utilisent des faisceaux lasers de section proche de 40 cm x 40 cm dont la durée d'impulsion est de l'ordre de la nanoseconde. Ces faisceaux sont générés puis amplifiés à la longueur d'onde de 1,053  $\mu\text{m}$  (verre amplificateur phosphate dopé néodyme). Ils doivent ensuite être transportés autour de la chambre d'expérience par des miroirs de transport puis convertis en fréquence à la longueur d'onde de 351 nm par des cristaux doubleur et tripleur de KDP ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ). Au final chacun des faisceaux convertis doit être focalisé sur une cible placée au centre de la chambre d'expérience. L'ensemble de la conversion de fréquence et de la focalisation se fait dans une section du laser nommée SCF. Le dimensionnement et la mise au point du SCF ont commencé en 1994-95. Ce SCF et sa focalisation en particulier devait répondre à plusieurs contraintes :

- Obtenir une qualité de focalisation proche de la limite de diffraction
- Limiter les pertes d'énergie
- Limiter l'exposition aux neutrons et gamma des composants optiques, rayonnements générés par l'interaction laser/cible [45].
- Résister aux forts flux lasers mis en jeu dans cette section du laser (25 J/cm<sup>2</sup> @ 1053 nm, 10 à 14 J/cm<sup>2</sup> à 351 nm pour des impulsions de 3 ns).

Les premières études réalisées par J. Paye et E. Journot passèrent en revue des solutions réfléchives (focalisation par miroir), réfractives (focalisation par lentille telle que celle adoptée par le NIF) et diffractive (focalisation par réseau). Il fut alors constaté qu'un système utilisant deux réseaux de diffraction, l'un non focalisant fonctionnant à 1053 nm et l'autre focalisant fonctionnant à 351 nm permettait la réalisation d'une chicane à neutrons tout en répondant aux contraintes d'endommagement laser et de qualité de tache image. Le schéma finalement retenu est présenté sur la figure qui suit.

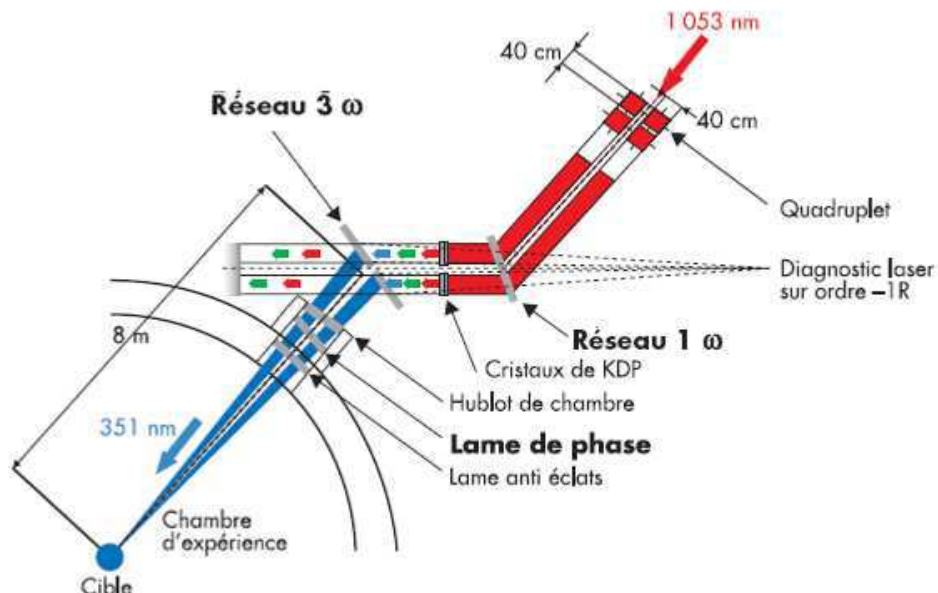


Figure 27 : Système de Conversion de Fréquence (SCF) et de Focalisation de la LIL et du LMJ

Un réseau dit réseau  $3\omega$  est utilisé à incidence de 25° pour dévier de 50° et focaliser la lumière à la longueur d'onde de 351 nm au centre de la chambre d'expérience. Les résidus de 1053 nm et 526 nm non convertis sont envoyés dans des ordres annexes du réseau et absorbés et n'entrent donc pas dans la chambre d'expérience. La différence de chemin optique introduite par l'utilisation du réseau  $3\omega$  est compensée par l'utilisation d'un réseau supplémentaire placé avant la conversion de fréquence, nommé réseau  $1\omega$  et fonctionnant à la longueur d'onde de 1053 nm. Il est (à la fonction de focalisation près) homothétique du

réseau  $3\omega$  dans un rapport égal à celui de la longueur d'onde d'utilisation. Le design retenu pour le SCF par Journot et Paye tient compte dès le départ d'une optimisation des réseaux au regard de leur efficacité de diffraction. Ainsi les réseaux  $1\omega$  et  $3\omega$  sont des réseaux avec un pas proche de la longueur d'onde et ne présentant que 3 ordres,  $p=-1, 0$  et  $1$ . Une configuration d'utilisation symétrique à Littrow en transmission avec un profil périodique symétrique est ensuite choisie puisqu'il est démontré qu'elle maximise l'efficacité dans l'ordre 1 [46] [47]. La polarisation d'utilisation des réseaux est quant à elle TM puisqu'une telle configuration permet l'obtention d'une efficacité élevée à profil peu profond (cas d'un réseau de transmission à variation de relief). On obtient donc des réseaux fonctionnant de manière symétrique comme schématisé ci-dessous :

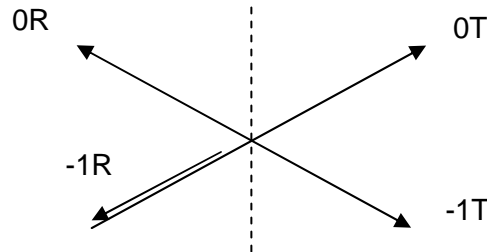


Figure 28 : Ordres diffractés des réseaux  $1\omega$  et  $3\omega$  LIL et LMJ

Les spécifications principales retenues en 1998 pour ces pièces sont détaillées dans le tableau qui suit :

	Réseau $1\omega$	Réseau $3\omega$
Longueur d'onde	1053 nm	351 nm
Polarisation	TM	TM
Substrat	Silice	Silice
Dimensions (mm)	420 x 470	420 x 470
Zone utile (mm)	400 x 445	400 x 445
Incidence	25°	25°
Déviation	50°	50°
Focale (m)	-	8
Efficacité de diffraction -1T	>90%	>90%
Seuil d'endommagement laser @ 1053 nm (J/cm²)	>25	-
Seuil d'endommagement laser @ 351 nm (J/cm²)	-	>12
Energie encerclée dans la tache focale (diamètre)	-	90% < 50 $\mu\text{m}$ 95% < 90 $\mu\text{m}$
Qualité d'onde transmise dans l'ordre -1T sur la zone utile	Courbure < 1 $\mu\text{m}$ Pente maximale < 5 $\mu\text{rad}$	

Tableau 5 : Spécifications principales des réseaux  $1\omega$  et  $3\omega$  de la LIL et du LMJ

Il reste à être à même de fabriquer de tels composants avec une taille de 42 cm x 47 cm, une excellente qualité de surface d'onde, et un seuil d'endommagement laser élevé. Un composant utilisable en transmission sous un flux d'une telle fluence ne peut se faire que sur un substrat en silice puisque c'est le matériau transparent, disponible en grande taille, qui présente le seuil d'endommagement le plus élevé à la longueur d'onde de 351 nm. Deux solutions peuvent ensuite être envisagées :



- Faire un réseau de transmission à variation d'indice : Le substrat est recouvert d'un photopolymère dans lequel la variation sinusoïdale d'indice est enregistrée. On parle également de réseau holographique de volume.
- Faire un réseau de transmission à variation de relief : Après enregistrement holographique et développement, le substrat est gravé pour recevoir la modulation périodique sur l'une de ces faces.

Ces deux cas de figure sont analysés ci-après.

### **2.2.1.1 Réseau de transmission à variation d'indice (hologramme de volume)**

La première solution a été étudiée jusqu'en 1999 en collaboration avec THOMSON LCR et Sextant Avionique. Sur le principe, la solution est très avantageuse car l'étape de gravure nécessaire à la fabrication du réseau à variation de relief n'est dans ce cas pas réalisée. Le substrat reçoit par procédé d'enduction centrifuge ou laminaire une couche photosensible. Cette couche est ensuite insolée sur un banc holographique puis développée pour créer la variation périodique d'indice générant l'effet diffractant. Par ailleurs, si la compatibilité sol gel est acquise, le dépôt d'une couche A/R sur le réseau holographique de volume permet d'atteindre une efficacité de diffraction théorique de 100%. Enfin, la variation d'indice se faisant de manière sinusoïdale sans discontinuité, aucune surintensité potentiellement créatrice de dommage laser ne se crée au passage du faisceau laser, ce qui peut s'avérer être un atout [48].

Dans la pratique, les choses sont plus complexes. Deux classes de matériaux photosensibles peuvent être utilisées : des matériaux polymères (obtenues par synthèse chimique) ou des gélatines (obtenues par traitement de substances animales : porc, poisson, ...) dichromatées. Les premiers présentent l'avantage de pouvoir se traiter comme un plastique, sont insensibles à l'humidité mais absorbent dans l'UV. Les seconds sont transparents à 351 nm mais sont sensibles à l'humidité ambiante. Les essais se sont donc portés dès 1996 vers des réseaux polymères pour les réseaux  $1\omega$  et des réseaux gélatines pour les réseaux  $3\omega$ . Si le seuil d'endommagement laser obtenu sur photopolymère à 1053 nm est supérieur à la spécification de 25 J/cm<sup>2</sup> (mode de test 1:1), celui de la gélatine dépasse difficilement les 3 à 4 J/cm<sup>2</sup> à 351 nm (mode de test 1/1). Par ailleurs, s'agissant de composants lasers de puissance, le respect de la spécification d'endommagement laser éclipse bien souvent celui du respect des autres spécifications optiques et en particulier celle de surface d'onde. Or si on considère qu'un réseau holographique de volume utilise un photopolymère ou une gélatine dont le  $\Delta n$  entre partie insolée et non insolée est de l'ordre de quelques 0.01, il devient nécessaire de réaliser des couches épaisses de l'ordre de la dizaine de microns afin d'avoir des réseaux efficaces. Que ce soit de l'enduction centrifuge ou du trempage/retrait, une maîtrise de l'épaisseur déposée à quelques pourcents est difficile. Il est donc inenvisageable de réaliser un composant à surface d'onde de qualité compatible d'une utilisation laser (La déformée typique envisageable sur un composant laser est de mieux que  $\lambda/4$  @ 1,053  $\mu\text{m}$  ; ceci est comparable à un défaut d'épaisseur de qq. % de 10 $\mu\text{m}$ ) et une bonne partie voir la totalité du budget de spécification devient prise par le défaut de la couche de résine. Ces considérations sont confirmées par la mesure d'un réseau  $1\omega$  photopolymère de provenance Sextant de diamètre 150mm dans son ordre 0T (Figure 29). Enfin, pour ce qui est de la gélatine, celle-ci présente une sensibilité à l'humidité qui oblige habituellement à protéger l'hologramme par une vitre supplémentaire. Des techniques d'encapsulation (sol gel, ...) peuvent éventuellement être développées mais au prix d'un travail spécifique.

En conséquence, pour toutes ces difficultés : endommagement laser à 351 nm, spécification de surface d'onde et sensibilité à l'humidité, **la solution de réseau de transmission à variation d'indice a été abandonnée** par le CEA en 1999 au profit d'une solution de type réseau de transmission à variation de relief que nous décrivons dans le paragraphe qui suit. Précisons néanmoins, que en ce qui concerne l'efficacité de diffraction, des réseaux

holographiques de volume très efficaces ont pu être faits (>95%). Nous reviendrons néanmoins sur ce principe de réseau holographique dans le paragraphe 2.2.2.4 dans un tout autre cadre qui est celui des réseaux de compression fonctionnant en réflexion.

	<b>DLP / CSL / LTO</b>		Date : 02/07/99
	<b>COMPTE RENDU DE MESURES INTERFEROMETRIQUE</b>		Rédacteur : C.Leymarie Demandeur : J. Néauport Opérateur : C.L; JP;G Installations : Zygo Plus
Objet : Contrôle d'un réseau holographique 1 $\omega$ SEXTANT.			
Diffusion : A. Roussel	J. Néauport Groupe #1	E. Journot (T&D)	PV N° 990702
<b>CARACTERISTIQUES PIECE</b> nom: Réseau holographique 1 $\omega$ Code composant: N° de série: $\lambda$ de fonctionnement: 1053 nm Dimensions: Ø150 mm Angle de Bragg: 25° Substrat: Silice Déviation holographique: 51° Provenance: Sextant			
<b>REMARQUE</b> Ce contrôle fait suite au premier réseau de ce type contrôlé dont la mesure de l'onde transmise était impossible à cause d'une courbure trop importante (voir PV N° 990430).			
<b>RESULTATS PRINCIPAUX</b> Contrôlé le 03/06/99 Ce second réseau est de meilleure qualité que son prédécesseur. P $\omega$ onde transmise d'ordre 0T= 640nm (en simple passage). Interférences parasites sur l'onde transmise d'ordre -1T.			

Fichier: \NETO\CONTROL\Reseau\Res1w\_2.doc



Photo 2:  
Interférogramme à 1053 nm de l'onde transmise du réseau en incidence normale parasité par des franges d'égale épaisseur.

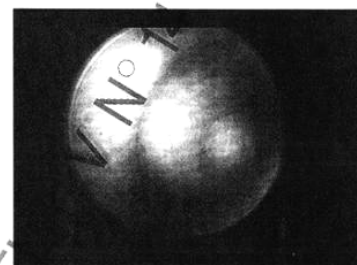


Photo 3:  
Interférogramme en transmission simple passage à 1053 nm du réseau en incidence normale avec un léger « tilt » pour s'affranchir des franges d'égale épaisseur.

Figure 29 : Réseau 1 $\omega$  à variation d'indice photopolymère Sextant - Ordre 0T (bas droite) – Un défaut d'onde transmise de 640 nm est mesuré, induit essentiellement par la couche de résine

### 2.2.1.2 Réseau de transmission à variation de relief

Un réseau de transmission à variation de relief se présente comme une pièce massive dont l'une des faces reçoit un motif d'épaisseur périodique variable, source de l'effet diffractant. Pour les raisons déjà évoquées précédemment, le substrat est dans notre cas nécessairement de la silice. Le recours à une machine à graver fabricant le réseau trait par trait pour créer le motif périodique n'a jamais été envisagé car nous souhaitons des réseaux en silice massive.

Le procédé qui s'impose consiste donc à enregistrer un réseau par holographie dans une résine déposée sur le substrat de silice. La résine est ensuite développée puis la modulation ainsi obtenue est transférée dans le substrat de silice par usinage ionique (voir Figure 30). De nombreux fournisseurs proposent des réseaux de ce type mais peu sont capables de le faire sur des pièces de grandes tailles. C'est donc la société HJY qui en 1999 s'est vue confier la réalisation des réseaux 1 $\omega$  et 3 $\omega$  LIL/LMJ.

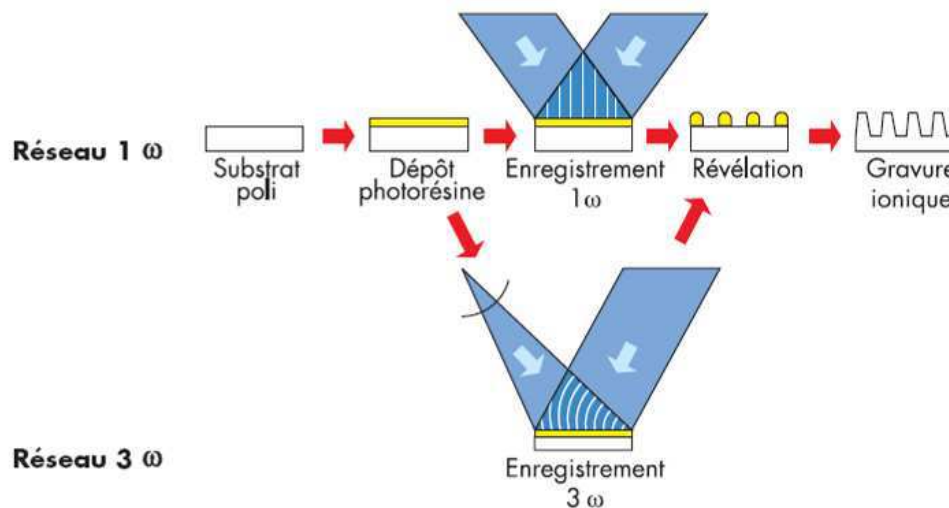


Figure 30 : Principe de fabrication d'un réseau holographique de surface LIL et du LMJ. Le réseau  $1\omega$  est enregistré dans le champ issu de l'interférence de deux ondes planes, les réseaux  $3\omega$  dans le champ d'interférence d'une onde plane et une onde sphérique.

Les caractéristiques géométriques optimales sur un critère d'efficacité de diffraction dans l'ordre  $-1T$  sont données ci-dessous pour un réseau  $1\omega$  de type lamellaire pur (angle au sommet de  $90^\circ$ ) de profondeur  $h$  et de taux de remplissage  $DC = (\Lambda - a)/\Lambda$  ( $\Lambda$  période du réseau et  $a$  la largeur à mi hauteur). Le réseau  $3\omega$  est quant à lui homothétique d'un facteur 3 de ce motif.

$$\Lambda = 1,2453 \mu\text{m} \text{ (803,019 traits/mm)}$$

$$h = 2.1 \mu\text{m}$$

$$DC = 0,4 \text{ à } 0,5$$

L'évolution de l'efficacité de diffraction dans l'ordre  $-1T$  en fonction des paramètres ( $h$ ,  $DC$ ) du motif est indiquée sur la figure qui suit (Calcul GSolver).

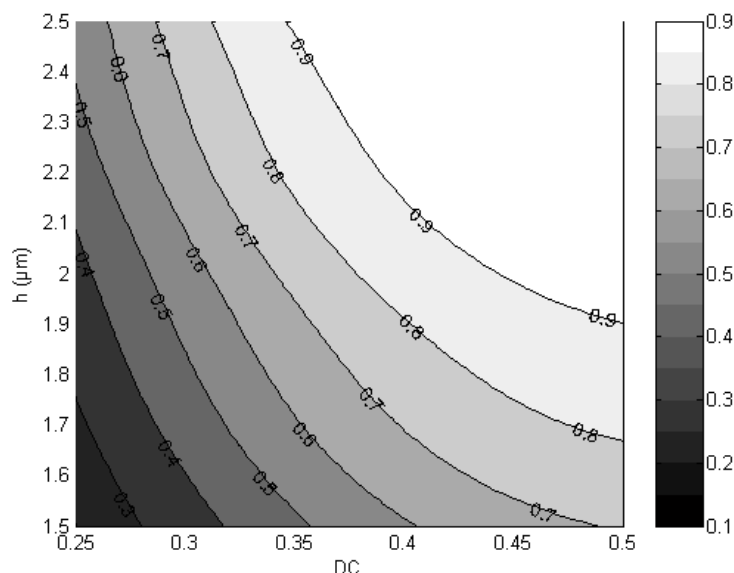


Figure 31 : Evolution de l'efficacité de diffraction  $-1T$  ( $1=100\%$ ) en fonction des paramètres ( $h$ ,  $DC$ ) du réseau  $1\omega$ , incidence de  $25^\circ$ , polarisation TM, angle de  $90^\circ$  au sommet

De nombreux travaux, études, mise en place d'installations tant de fabrication que de contrôle ont été nécessaires pour permettre la réalisation des premiers réseaux LIL en 2001/2002. Les résultats marquants ainsi que l'obtention des premiers tirs LIL avec ces réseaux sont détaillés dans la référence [A17] ainsi que dans les communications [C33 à

C35]. Nous n'y reviendrons pas ici mais nous nous concentrons sur la problématique de l'optimisation du procédé au regard de l'endommagement laser. Précisons que l'ensemble des essais sur les procédés est réalisé par HJY, le CEA réalise la métrologie et l'organisation des différents essais en collaboration avec HJY.

Il s'agit donc de bâtir un procédé répondant au besoin CEA tel qu'exprimé en 1998 (voir § 2.2.1) :  $> 25 \text{ J/cm}^2$ , 3 ns @ 1053 nm et  $12 \text{ J/cm}^2$ , 3 ns @ 351 nm. La métrologie d'endommagement laser de l'époque ne se fait pas encore en densité de dommages par  $\text{cm}^2$ , comme nous l'avons expliqué lors de l'exposé de la partie précédente sur le polissage (voir § 2.1), mais par un mode de test R/1 sur les installations du CEA LETI à Grenoble [49]. Le test consiste à irradier avec la source désirée (Coherent Infinity à 1064 nm, 3 ns, faisceau gaussien de  $0.2 \text{ mm}^2$  ou Spectra Physics GCR350 355 nm, 6.8 ns, faisceau gaussien de  $0.02 \text{ mm}^2$ ) 200 sites de l'échantillon à qualifier. Chacun des sites reçoit une multitude de tirs de fluences graduellement croissantes ; cette rampe est stoppée lorsque que le diagnostic de diffusion regardant le site testé reçoit un signal associé à la création d'un dommage. La fluence d'apparition de ce dommage correspond au seuil du site testé. L'ensemble statistique de 200 points permet ensuite de tracer une courbe probabilité d'endommagement en fonction de la fluence dont on extrait les valeurs moyenne, minimale et maximale. Les données sont ensuite recalées pour une durée d'impulsion de 3 ns en utilisant une loi en  $\tau^{0.5}$ ,  $\tau$  représentant le ratio des durées d'impulsions [50]. Enfin, les surfaces à tester sont placées en face arrière par rapport à la direction du faisceau de test car c'est cette surface qui subit la surintensité maximale et casse donc préférentiellement [51].

Le principe de mise au point d'une gamme haute tenue au flux est assez similaire à celui appliqué aux procédés de surfacage (voir § 2.1). Chaque étape élémentaire de la gamme de fabrication est testée, qualifiée et éventuellement optimisée pour répondre à la spécification de tenue au flux à 1053 nm (réseau  $1\omega$ ) ou 351 nm (réseau  $3\omega$ ). Un synoptique de fabrication complet est détaillé sur la Figure 32.

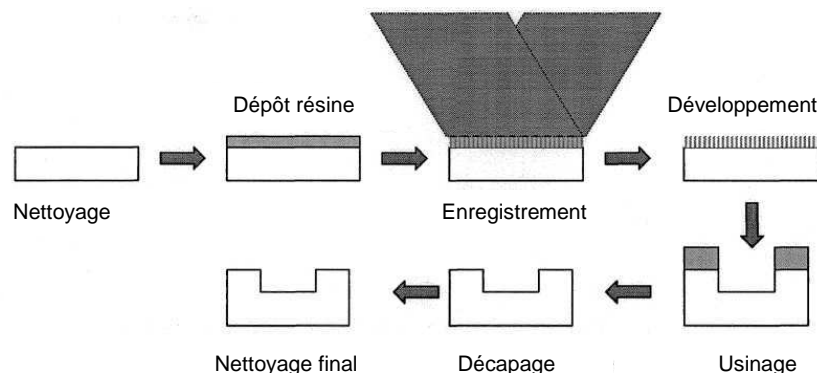


Figure 32 : Synoptique de fabrication détaillée des réseaux  $1\omega$  et  $3\omega$

La probabilité d'endommagement mesurée sur un réseau  $3\omega$  (CF505) à 355 nm est présentée sur la Figure 33 et comparée au substrat poli de référence (CF1). Le procédé n'étant pas optimisé étape par étape, on constate une augmentation importante de la probabilité d'endommagement par la gravure du réseau  $3\omega$ .

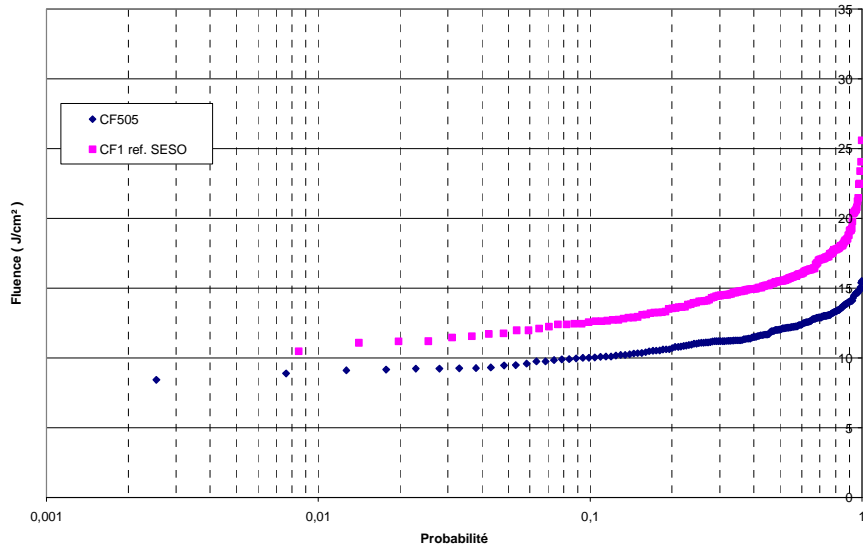


Figure 33: Probabilité d'endommagement d'un réseau  $3\omega$  gravé complet (CF505), comparaison avec un substrat poli (CF1). La gravure du réseau introduit une augmentation importante de la probabilité d'endommagement

Comme nous l'avons vu la gamme de fabrication comprend un grand nombre d'étapes, notre démarche a donc consisté à qualifier et tester les performances de chacune d'entre elles : effet du nettoyage, du cycle dépôt/développement/révélation, ... etc. Des échantillons de diamètre 100 mm et d'épaisseur 8 mm en silice Heraeus H1SV polis par la société SESO suivant un procédé haute tenue au flux à 351 nm ont été utilisés comme substrats pour combiner et comparer ces différentes étapes élémentaires. Cette démarche globale est en partie détaillée dans la référence [C33] où est présenté un état des lieux fin 2001 i.e. avant optimisation complète de chaque étape de la gamme.

Nous illustrons ici uniquement l'effet de la gravure. Un réseau  $3\omega$  comporte environ 2400 t/mm. Lorsqu'il est testé au flux laser avec un faisceau de l'ordre de la centaine de microns, il est impossible d'identifier post mortem la source de l'endommagement qui peut être responsable des piètres performances d'un échantillon donné. En particulier, le haut des traits d'un réseau et le bas des traits (fond de sillon) ne subissent pas le même historique puisque le premier n'est pas usiné (car protégé par la résine) et le second est usiné par le plasma. Il est intéressant de pouvoir quantifier les performances relatives du haut et du bas de trait afin de pouvoir dégager des pistes d'améliorations pour le composant final. Pour ce faire, nous avons réalisé un échantillon spécifique qui simule une marche élémentaire de réseau. Un substrat de 100 mm de diamètre est nettoyé puis enduit d'une couche de résine photosensible. Il est ensuite masqué sur une moitié de sa surface lors de l'enregistrement. Il subit ensuite l'ensemble du procédé de fabrication réseau. Si bien, qu'au final, nous obtenons une marche qui simule un haut de trait de réseau sur la partie masquée et un fond de sillon sur la partie non masquée (Figure 34).

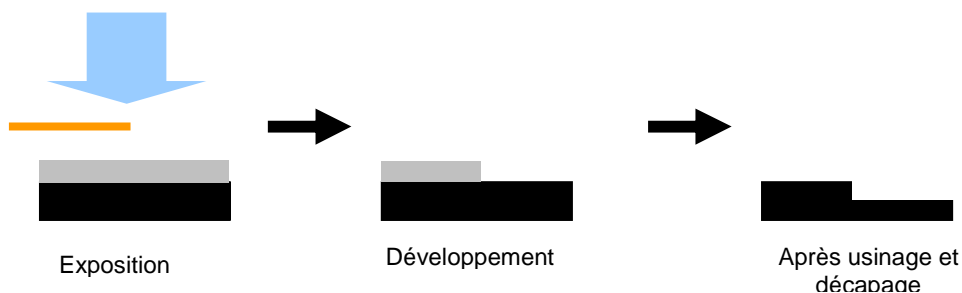


Figure 34 : Réalisation d'une marche élémentaire de réseau (échantillon CF17)

Les deux moitiés haute (CF17H) et basse (CF17B) sont ensuite testées au flux à 355 nm et comparées aux performances du réseau CF505. Les résultats sont présentés sur la Figure 35. Nous constatons que le haut de trait simulé par la partie haute (CF17H) de l'échantillon CF17 reproduit la probabilité obtenue sur le réseau CF505. La partie basse (CF17B) s'approche plus du substrat initial CF1 en améliorant les résultats à forte fluence ce qui est consistant avec une amélioration induite par l'usinage ionique [52]. A basse fluence, la probabilité reste par contre un peu en deçà du substrat CF1. Ce comportement est cohérent avec l'observation MEB du haut de trait qui révèle la présence de résidus de résine dus à un décapage inapproprié.

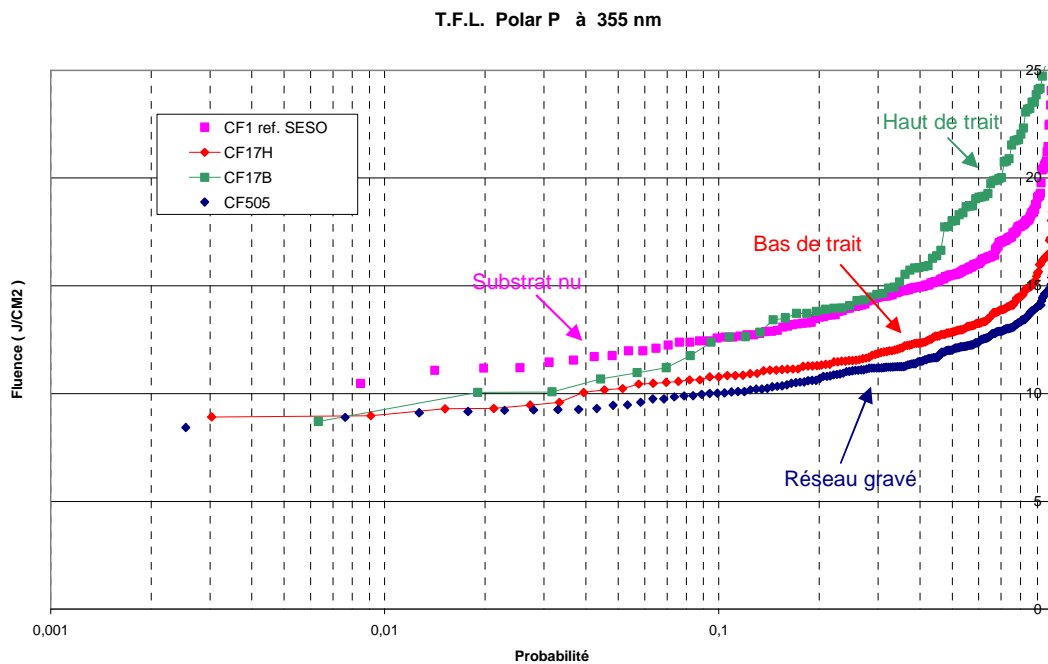


Figure 35 : Probabilité d'endommagement en fonction de la fluence pour les échantillons CF17, CF505 et CF1. Le seuil est déterminé par la mauvaise qualité du haut des traits.

Un travail mené sur cette dernière étape du procédé (décapage), en cause dans la performance moyenne de l'échantillon CF505, permet de rétablir des performances comparables à l'échantillon de référence CF1 comme le montre le test du réseau  $3\omega$  (Tableau 6).

**Nous constatons donc, tout comme pour les procédés de surfacage, que la mise au point d'une gamme de fabrication de réseau pour utilisation sous flux intense repose ici sur une optimisation de chacune des étapes élémentaires de fabrication au regard de ce critère.**

Echantillon	Min (J/cm <sup>2</sup> )	Moyenne (J/cm <sup>2</sup> )	Max (J/cm <sup>2</sup> )
CF1	10,5	16	26
Réseau $3\omega$ optimisé	10,5	29	50

Tableau 6 : Seuil d'endommagement (en J/cm<sup>2</sup>) d'un échantillon réseau  $3\omega$  optimisé, comparé au substrat de départ. La gravure du réseau ne dégrade pas les performances du substrat de départ (2004)

### 2.2.1.3 Perspectives

Depuis la fabrication de premiers prototypes de réseaux en 2000/2001 et les travaux brièvement décrits précédemment, **une cinquantaine de réseaux  $1\omega$  et  $3\omega$  a pu être produite par HJY pour les installations LIL ainsi que de premiers prototypes pour le**

**LMJ.** Les développements menés entre 2000 et 2003 visant à obtenir des réseaux haute tenue au flux LIL/LMJ l'ont été sur un critère d'endommagement qui est une probabilité mesurée en mode R/1. La métrologie d'endommagement à 351 nm a évolué vers une procédure de type raster scan (décrite dans le paragraphe 2.1) car mieux adaptée à l'estimation d'une durée de vie de composant sous flux laser. Tous nos travaux d'amélioration récents (post 2004) portant sur les procédés de polissage des substrats en silice ont été faits avec ce mode de test. Nos efforts portent donc aujourd'hui sur la transposition des gammes réseaux  $3\omega$  sur des substrats à très basses densités de dommage par centimètre carré tels que ceux décrits dans le paragraphe 2.1. Nous avons également démontré (voir §2.1.3.2) que la contamination moléculaire pouvait avoir un effet sur l'endommagement à 351 nm ; or un réseau est particulièrement sensible à ce type de pollution comme l'illustre la Figure 36. Des études sur ce thème sont donc à venir : effet de la contamination sur les réseaux et procédés de nettoyage pour s'en affranchir.

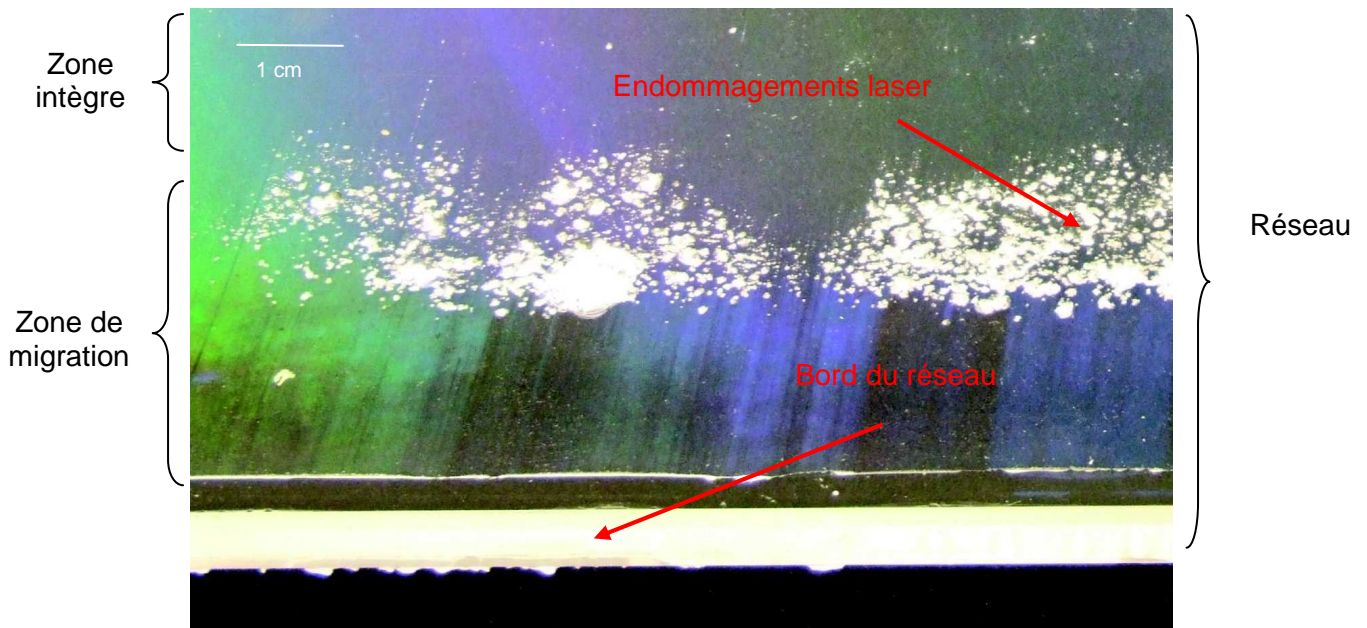


Figure 36 : Endommagement d'un réseau  $3\omega$ , photo numérique à l'objectif macro 60 mm. Le joint silicone utilisé pour l'enrobage de la pièce migre dans les traits du réseau. Le composant s'endommage alors préférentiellement dans la zone où cette migration existe



## 2.2.2 RESEAUX DE COMPRESSION D'IMPULSION

### 2.2.2.1 Contexte

La dernière décennie a connu la naissance de nombreuses installations lasers ultra intenses telles que OMEGA-EP (LLE, USA) [53], NIF-ARC (LLNL, USA) [54], PICO2000 (LULI, France) [55], VULCAN Petawatt laser (RAL, Angleterre) [56], FIREX (Osaka, Japon) [57], et projets d'installations laser tels ILE/ELI [58] ou HIPER [59]. Ces installations permettront la réalisation d'expériences nouvelles dans le domaine des très hautes intensités, la physique des plasmas, l'astrophysique, la radiographie ou même la démonstration de l'ignition rapide par la combinaison de faisceaux petawatt ou multi-petawatt kilojoule et de faisceaux multi-kilojoules nanosecondes. L'installation PETAL [A8] en cours de construction au CEA Cesta, au côté de la LIL, prototype opérationnel du LMJ, présentera quant à elle l'intérêt de combiner les faisceaux LIL (10 kJ, 351 nm, ns) avec un des faisceaux PW parmi les plus intenses au monde (3,6 kJ, 1,053  $\mu\text{m}$ , 500fs-10ps). Le développement de telles sources ultra intenses repose sur la technique d'amplification à dérive de fréquence ou technique CPA (Chirped Pulse Amplification) introduite en 1985. Son principe consiste à étirer temporellement une impulsion produite par un oscillateur femtoseconde. Cette impulsion peut ensuite être amplifiée par un système classique d'amplificateurs successifs. Elle est finalement recomprimée à sa durée initiale dans un compresseur. Le compresseur utilise des éléments dispersifs tels des prismes, grisms, réseaux, ... La Figure 37 présente le principe de la compression d'impulsion à réseaux utilisée sur la totalité des installations précitées car seuls de tels composants sont compatibles d'une forte énergie et fabricables en grande taille.

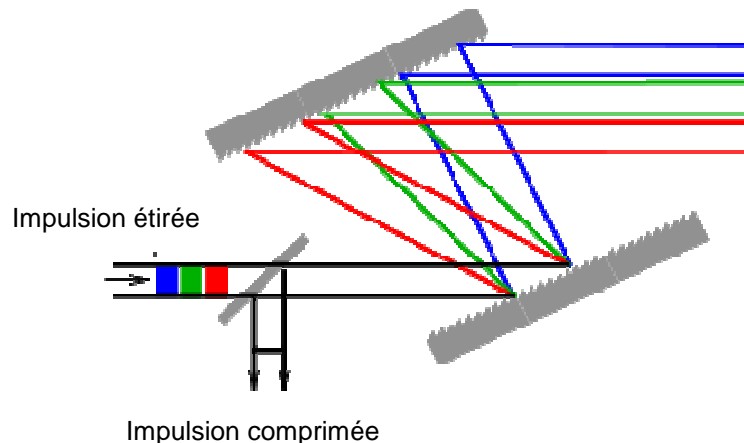


Figure 37 : Principe de la compression d'impulsion à réseaux (en réflexion ici)

Dans ce contexte, les réseaux de compression d'impulsion ont fait l'objet de nombreuses études ces dix dernières années. Et les travaux que nous présentons dans cette partie s'intéressent à cette problématique particulière : comment concevoir un réseau de diffraction optimal pour une installation PW et plus spécifiquement l'installation PETAL ? Ce réseau doit répondre aux contraintes suivantes imposées par une utilisation sur un laser de puissance :

- Soutenir quelques  $\text{J}/\text{cm}^2$  en section droite à la longueur d'onde de 1,053  $\mu\text{m}$  pour une durée d'impulsion de quelques ps à 500 fs suivant les installations (4  $\text{J}/\text{cm}^2$  @ 500 fs pour PETAL)
- Etre disponible en grande dimension (faisceau de 40 x 40  $\text{cm}^2$ ).
- Avoir une bonne qualité de surface d'onde ( $\sim \lambda/4$ ).
- Avoir une forte efficacité de diffraction pour limiter les pertes.

L'originalité d'un tel besoin vient en particulier de la durée d'impulsion de 500fs. Pour pouvoir travailler sur des procédés et composants, il nous fallait être à même de les tester. Le premier travail a donc consisté à mettre en place une installation de test d'endommagement laser nommée DERIC. Ce banc est présenté dans le paragraphe 2.2.2.2.



Le spectre utilisé sur PETAL étant relativement réduit (8 nm), les possibilités d'architecture de réseau de compression sont, comme nous allons le voir, assez étendues : réseau de transmission, réseau par réflexion de différents types, ...etc. Dans les paragraphes 2.2.2.3 et 2.2.2.4, nous analysons ci-après chacune d'entre elles. Comme nous l'avons expliqué en préambule, seules les solutions viables pour PETAL ont fait l'objet d'études poussées, essais de fabrication et tests.

### 2.2.2.2 Banc de test d'endommagement impulsion courte DERIC

Nous avons souhaité pouvoir réaliser des mesures d'endommagement laser au CEA afin d'accompagner nos travaux de développements de procédés de fabrication pour installation impulsions courtes. Une installation de test, nommée DERIC, a été étudiée et mise en place par le DLP (G. Razé, M. Balas puis G. Dupuy et S. Palmier) entre 2004 et 2006, en partie grâce à un financement européen (LASERLAB, voir 3.2.6).

Cette installation, dont le schéma de principe est présenté sur la Figure 38, permet la mesure en mode S/1 d'échantillons divers (miroirs, réseaux, substrats, ...) à leur incidence de fonctionnement dans un environnement qui peut être contrôlé en hygrométrie.

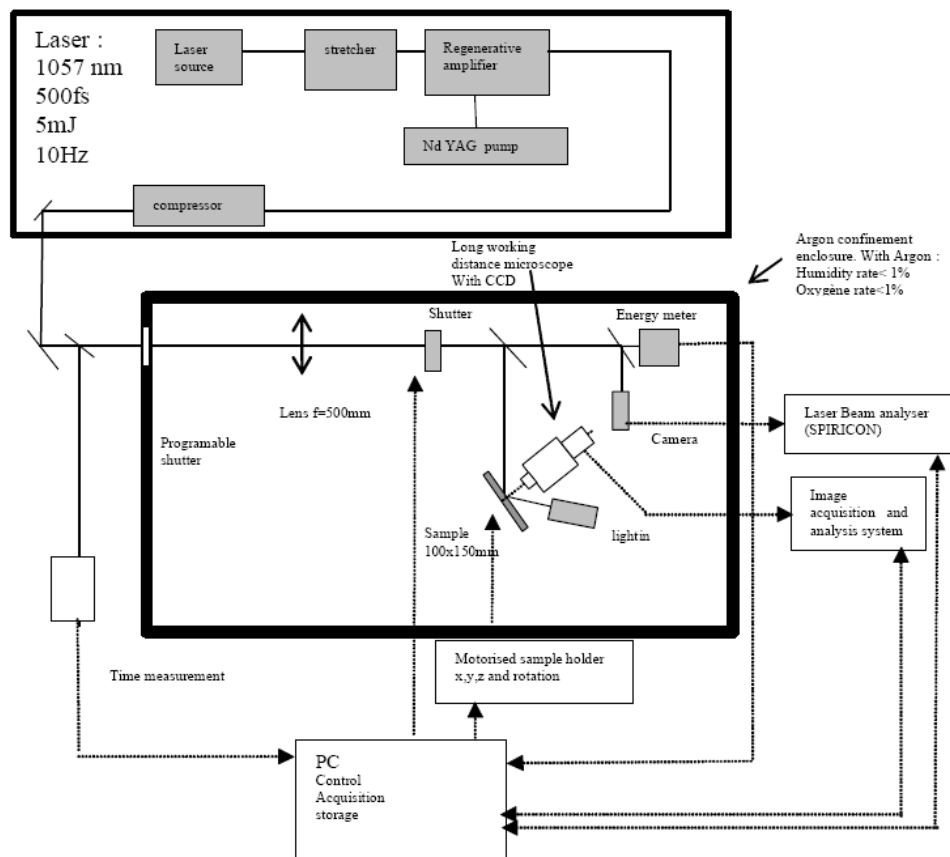


Fig. 2. Experimental setup for laser damage testing

Figure 38 : Schéma de l'installation DERIC

Les caractéristiques principales de DERIC sont les suivantes, elles sont détaillées dans la référence [C17] :

Longueur d'onde de test : 1057 nm

Durée d'impulsion de 500 fs

Cadence : 10 Hz

Faisceau de test de 200  $\mu\text{m}$  à  $1/e^2$  dans le plan de l'échantillon

Précision sur la mesure de fluence de  $\pm 9\%$

Observation du dommage par CCD (résolution min de 10  $\mu\text{m}$ )

Mode de test S/1 avec 100 à 200 tirs par site, 20 à 50 sites par échantillon sont testés

Contrairement à la métrologie d'endommagement en régime ns, peu d'installations existent de par le monde pour comparer des seuils d'endommagement à 500fs. Nous avons donc souhaité systématiquement vérifier nos seuils sur deux références relativement documentées dans la littérature avant tout test de composant : un réseau or (voir §2.2.2.4.2) et un composant en silice. La Figure 39 montre les probabilités d'endommagement mesurées sur DERIC sur un échantillon en silice polie à 45° d'incidence.

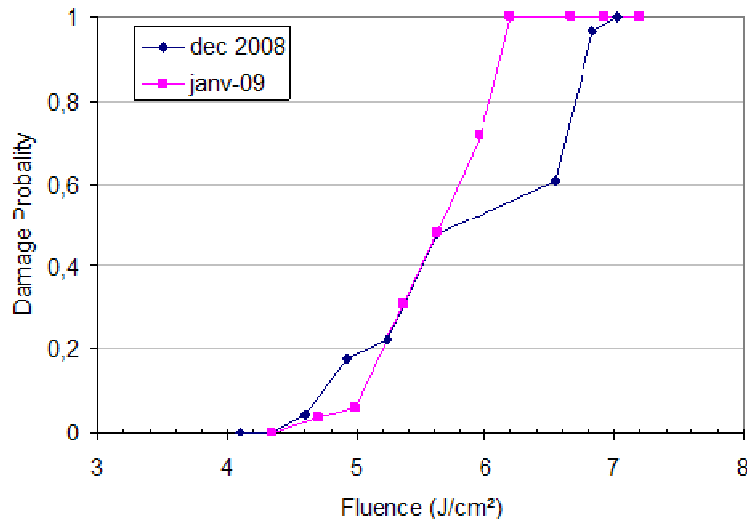


Figure 39 : Test DERIC d'une pièce en silice polie à incidence 45°. Les 2 courbes sont faites à quelques mois d'intervalle et montrent la reproductibilité des seuils

Le seuil mesuré est donc de 2,9 à 3,1 J/cm² pour une incidence normale. Ce seuil est compris entre :

- Les 2,5 J/cm² mesurés par Stuart sur la silice polie en incidence normale (1053nm, 400fs, le chiffre de 2.5 est recalé à 500fs) mais avec un faisceau plus grand (400µm)
- Et les 3,8 à 4 J/cm² mesurés à 1053nm et 800 nm respectivement par Mero [73] [74] sur de la silice déposée par IBS mais avec un faisceau de test plus petit (20µm).

Nos résultats nous semblent donc assez cohérents avec les données de la littérature. Nous avons donc estimé que DERIC pouvait servir au comparatif des différents types de réseau et autres améliorations de procédés qui sont décrits dans les paragraphes qui suivent. Précisons également qu'une démarche d'intercomparaison des résultats de test délivrés par DERIC avec les quelques installations existantes (LLE, ...) a également été initiée en 2009 afin de conforter nos données.

### 2.2.2.3 Réseau de compression en transmission

Il est possible de comprimer des impulsions en utilisant des réseaux en transmission, qu'ils soient à variation de relief ou à variation d'indice (réseau holographique de volume). Nous nous sommes plus particulièrement intéressés aux premiers puisqu'un tel choix nous aurait permis de profiter des développements réalisés pour les réseaux LIL/LMJ (voir §2.2.1.2). Par ailleurs, la solution holographique de volume n'était dans notre cas pas viable pour les raisons évoquées précédemment (voir §2.2.1.1) et reprises plus loin dans le contexte particulier des réseaux de compression en réflexion (voir §2.2.2.4.1).

Il est tout à fait possible de trouver des solutions efficaces fabricables pour des réseaux de compression de transmission à variation de relief. Tout comme pour les réseaux LIL/LMJ, le substrat est en silice massive et la variation de relief à pas constant est transférée sur la face de sortie du composant optique. On choisit de la même manière une configuration symétrique à Littrow afin de maximiser l'efficacité de diffraction dans l'ordre -1T. La Figure 40 montre la variation de l'efficacité de diffraction dans l'ordre -1T en fonction des paramètres

(h, DC) du profil lamellaire (angle de  $90^\circ$  au sommet) du réseau en polarisation TE. Bien que ne favorisant pas l'efficacité cette polarisation est retenue pour des questions d'implantation sur chaîne. On constate qu'il est possible d'atteindre une efficacité de diffraction de 91% avec un couple  $h=1.25\mu\text{m}$ ,  $DC\sim 0.45-0.5$ .

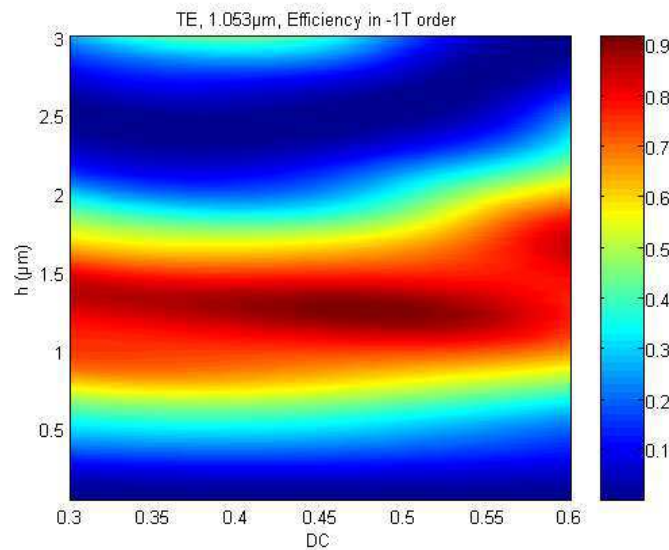


Figure 40 : Efficacité de diffraction -1T en fonction des paramètres (h, DC) du motif lamellaire. Réseau 1700 t/mm, incidence de  $65^\circ$ , polarisation TE, calculs GSolver

Par ailleurs, l'efficacité reste relativement stable sur un spectre de quelques nanomètres autour de la longueur d'onde centrale de  $1,053\mu\text{m}$ .

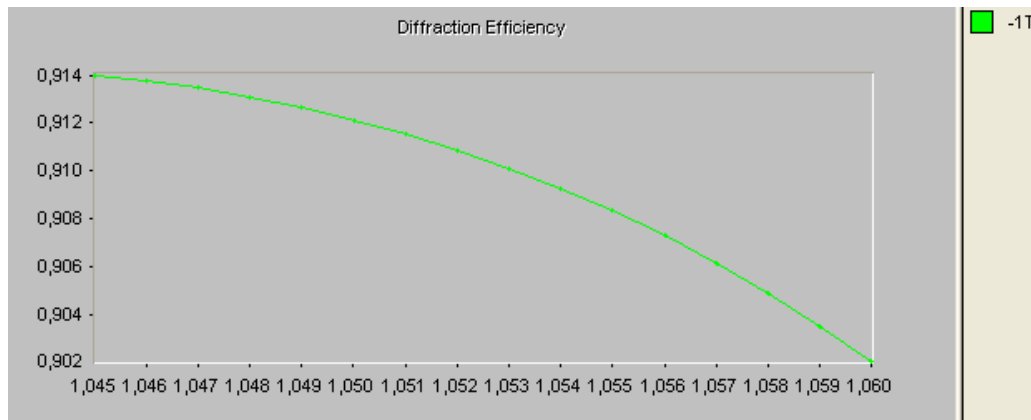


Figure 41 : Evolution de l'efficacité de diffraction dans l'ordre -1T en fonction de la longueur d'onde, polarisation TE, 1700 t/mm,  $65^\circ$ , calculs GSolver

Du point de vue du seuil d'endommagement laser en impulsion courte, le fait d'utiliser un composant en silice seule est favorable. Stuart [61] mesure un seuil à 500 fs,  $1,053\mu\text{m}$  d'environ  $2,5\text{ J/cm}^2$  pour un échantillon en silice polie testé à incidence normale. Ceci permet d'espérer des seuils de plus de  $5\text{ J/cm}^2$  pour un composant tel que le réseau 1700 t/mm simulé précédemment (incidence de  $65^\circ$ ). Néanmoins, l'utilisation de matériaux en transmission à forte puissance et forte énergie est limitée par les effets non linéaires créés lors de la traversée du matériau (autofocalisation). Aussi ce type de réseau ne pourra être réservé qu'à des impulsions longues (qq. 100 ps en plus) ou à des systèmes à faible énergie et impulsion courte. Dans cet esprit, Klausnitzer [60] a optimisé et fabriqué un réseau de transmission de ce type fonctionnant en TM à Littrow pour une incidence de  $41,5^\circ$ . Une efficacité de diffraction de 94% proche du maximum théorique est atteinte expérimentalement (voir Figure 42, l'écart théorie/mesure est dû à une erreur de quelques pourcents sur le h et DC du réseau).

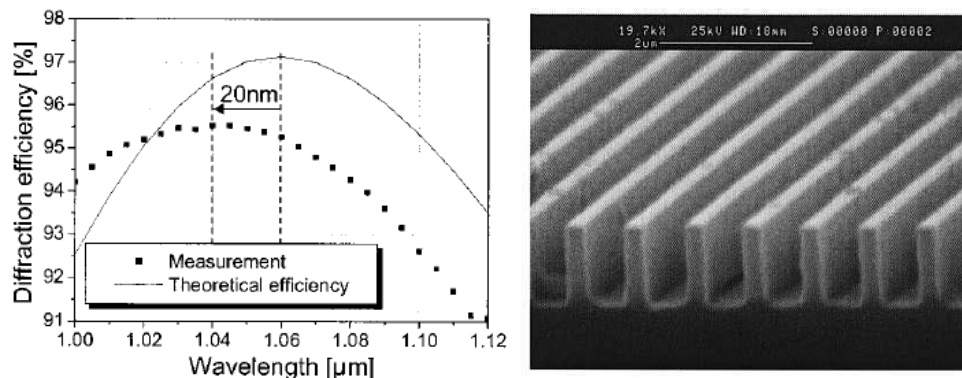


Figure 42 : Réseau optimisé pour un fonctionnement en transmission pour compression d'impulsion, incidence de  $41,5^\circ$ , 1250 t/mm, TM [60]

Ce même auteur a pu utiliser ces réseaux pour créer une source de forte puissance moyenne : 76W à  $1.06\mu\text{m}$  et durée d'impulsion de 400 fs [60].

**Pour ce qui est du compresseur PETAL, de tels réseaux par transmission ont été envisagés pour le premier étage de compression compte tenu de la durée d'impulsion de 400 ps et de l'énergie en jeu (3,6 kJ) mais finalement non retenus au profit de réseaux en réflexion, plus classiques.**

### 2.2.2.4 Réseau de compression en réflexion

Un réseau de compression par réflexion peut être vu comme un système à deux fonctions distinctes : une fonction de dispersion réalisée par la structure périodique et une fonction de réflexion. L'ensemble devant diffracter la lumière dans l'ordre désiré, l'ordre -1R à incidence proche de Littrow pour ce qui nous concerne. De nombreuses combinaisons peuvent être imaginées : réseau à variation de relief pouvant être sur ou sous la structure assurant la fonction de réflexion, réseau à variation de phase (réseau holographique de volume) seul ou combiné à un miroir haute réflexion,... Nous détaillons les plus intéressantes pour nos applications et montrons les résultats que nous avons pu obtenir dans chaque cas.

#### 2.2.2.4.1 Réseau en réflexion à variation d'indice (holographique de volume)

A partir des travaux faits entre 1997 et 1999 sur les réseaux de transmission holographique de volume (voir §2.2.1.1), THOMSON CSF et Sextant Avionique ont fabriqués des réseaux de compression d'impulsion utilisant cette même technologie. La variation sinusoïdale d'indice est enregistrée de manière inclinée dans le matériau photosensible créant ainsi un réseau de Bragg qui peut diffracter la lumière dans l'ordre désiré (voir Figure 43). Les avantages potentiels de ce type de composant sont ceux déjà évoqués : faible nombre d'étapes de fabrication d'où un coût potentiellement réduit. En fonction de la configuration retenue, il est possible d'atteindre une efficacité de diffraction théorique de 100% dans l'ordre diffracté en polarisation TM.

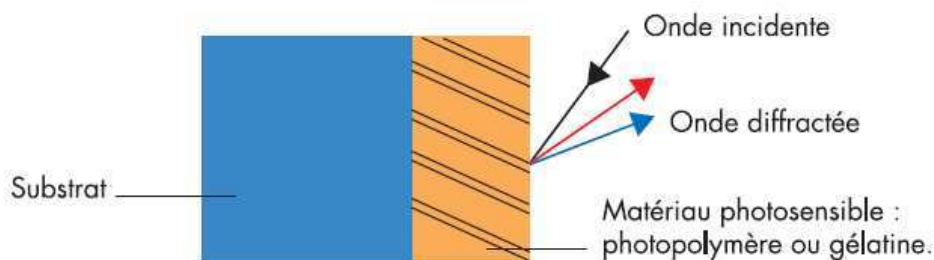


Figure 43 : Principe du réseau de compression holographique de volume

Les inconvénients restent néanmoins les mêmes que ceux déjà évoqués. Outre la sensibilité à l'humidité dans le cas d'un réseau gélatine, les difficultés pour obtenir une surface d'onde

de qualité sont amplifiées par la configuration en réflexion du réseau qui double le défaut du dépôt de résine. Des réseaux holographiques de volume ont malgré tout été fabriqués et notamment dans la configuration suivante : 1636 t/mm, incidence de 55°, déviation de 10°, polarisation TM. De tels réseaux présentent une efficacité théorique maximale de 98%, en pratique des pièces avec une efficacité de diffraction de plus de 90% ont été faites. Les tests de tenue au flux menés au LULI à 1,053  $\mu\text{m}$  et détaillés dans la référence [61] révèlent que le réseau holographique (photopolymère) a un seuil relativement élevé, de 30% supérieur à celui du réseau de compression or classique (voir §2.2.2.4.2). Les mesures de rendement du compresseur mettent également en évidence un comportement non linéaire du photopolymère à haute intensité qui se manifeste par une chute du rendement de compression, induite par la chute d'efficacité de diffraction du réseau. **Devant l'ensemble de ces difficultés, la voie holographique de volume n'a pas été investiguée plus avant par le CEA.**

Il est intéressant de constater que ce principe de réseau holographique de volume a été également étudié plus tard en 2006 par Sandia Nat. Lab. (USA) [63]. Rambo part d'un principe un peu différent puisqu'il découple la fonction dispersive du réseau de celle de réflexion qu'il réalise grâce à un miroir diélectrique utilisé comme substrat pour le réseau holographique (voir Figure 44). Il montre que des solutions efficaces existent en TE comme en TM avec une densité de 1480 t/mm et des incidences de 45 à 51° suivant les cas.

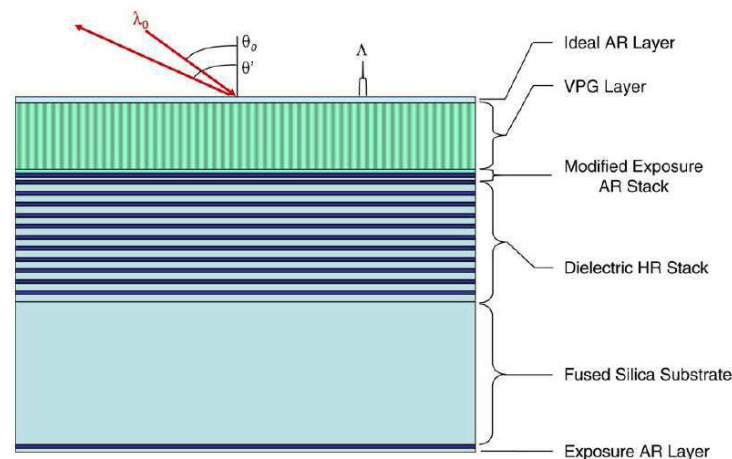


Figure 44 : Structure d'un réseau holographique de volume (VPG : Volume Phase Grating) pour compression d'impulsion ; structure étudiée par Rambo et al [63]

Les tests d'endommagement faits sur gélamines dichromatées et aérogels donnent des seuils de l'ordre de 1 à 2 J/cm<sup>2</sup> à 800 fs, 1053 nm donc également supérieurs au seuil du réseau or, ce qui montre le potentiel de cette technologie. L'auteur conclut son article en pointant les difficultés intrinsèques de ce type de composant : sensibilité à l'environnement et inconnue quant à sa tenue dans le temps sous vide, variabilité des seuils en fonction des matériaux photosensibles, ... Un constat qui s'avère donc très similaire au nôtre. A notre connaissance ces travaux n'ont pas eu de suite.

### 2.2.2.4.2 Le réseau or à variation de relief

Le réseau de compression en or à variation de relief est historiquement le premier type de réseau utilisé pour la compression d'impulsions lasers. De ce fait, il sert souvent de référence ou de point de comparaison dans toutes les études portant sur l'amélioration et le développement de réseaux de compression à fort seuil d'endommagement laser.

Un réseau en or à variation de relief se présente sous la forme d'une surface modulée périodiquement (fonction dispersion) recouverte d'une couche d'or (fonction réflexion). Deux variantes principales existent (se reporter à la Figure 30):

- Le réseau est enregistré par holographie puis développé. La modulation de résine ainsi obtenue est recouverte d'une couche d'or par dépôt sous vide.
- Le réseau est enregistré par holographie, développé puis usiné pour donner un réseau massif. C'est ce dernier qui est recouvert d'une couche d'or. Il n'y a donc pas de photopolymère.

En pratique, comme nous le verrons par la suite, c'est le métal qui limite les performances en endommagement laser, il n'y a donc pas de différence de performances entre ces deux types de réseau de compression. Aussi les premiers, plus simples à fabriquer, sont généralement préférés.

L'efficacité de diffraction dans l'ordre -1R d'un réseau or ne peut être élevée qu'en polarisation TM. Il offre alors une efficacité de 92 à 93% sur une large étendue spectrale et angulaire comme le montre la Figure 45 correspondant à un réseau 1740 t/mm.

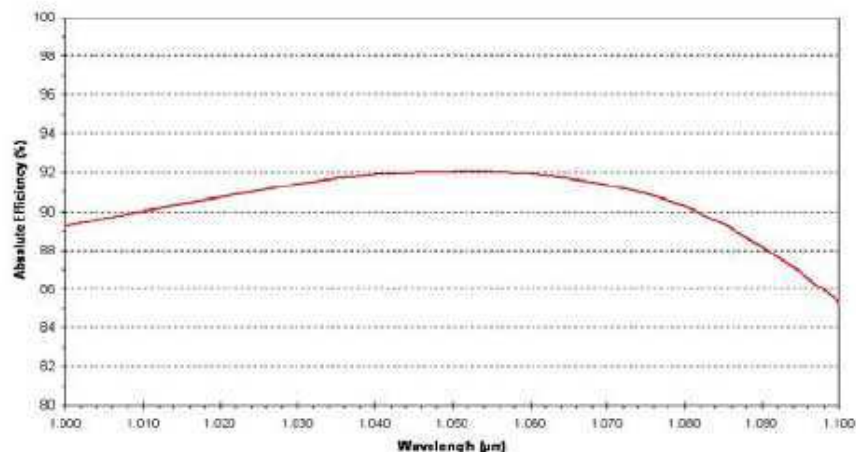


Figure 45 : Efficacité de diffraction d'un réseau de compression en or 1740 t/mm, 1050nm, polarisation TM, déviation 10°(source : catalogue HJY)

L'endommagement laser des réseaux en or en régime fs à ns a fait l'objet de nombreux travaux dont les plus marquants sont probablement ceux de Stuart (LLNL, USA) qui se penche sur ce sujet dès 1994. Il démontre [61][64] qu'en impulsion courte (< qq. 100 ps), sur les métaux et les diélectriques, le processus d'endommagement à 1053 nm et 526 nm se fait par un phénomène d'absorption multi photonique. Le seuil d'endommagement d'un réseau en or (ici un 1480 t/mm testé à 51°) reste constant, proche de 0,5 J/cm<sup>2</sup> sur une gamme temporelle allant de 100 fs à 300 ps (voir Figure 46). Le seuil est en outre indépendant de l'épaisseur de la couche d'or pour une épaisseur supérieure à 100 nm environ. Au-delà de 200 ps, le seuil varie en  $\tau^{1/2}$ , où  $\tau$  est le rapport des durées d'impulsions considérées. Pour ses travaux, Stuart utilise une métrologie en mode S/1 avec environ 600 tirs par site à 10 Hz.



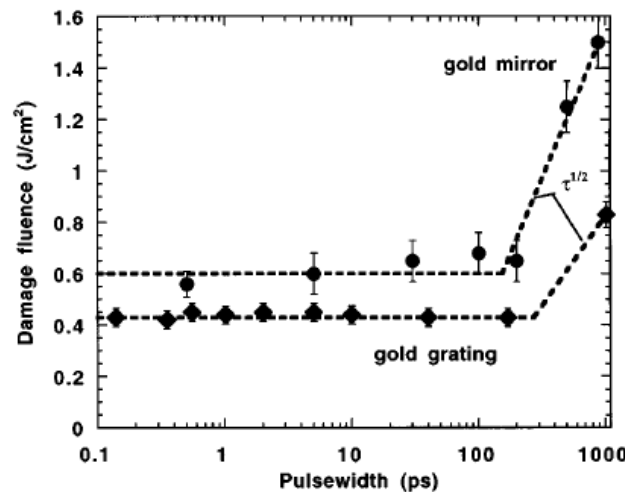


Figure 46 : Seuils d'endommagement à 1053 nm, mode S/1, d'un miroir or à 0° et d'un réseau 1480 t/mm à 51° [61]

L'installation de test DERIC a été utilisée pour tester un réseau or 1740 t/mm à incidence de 72° de provenance HJY. La probabilité d'endommagement mesurée est présentée sur la Figure 47 et établit le seuil d'endommagement à 0,67 J/cm².

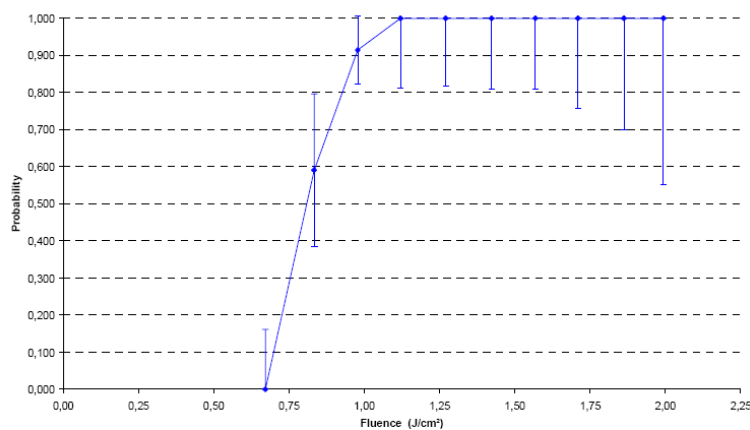


Figure 47 : Probabilité d'endommagement d'un réseau HJY 1740 t/mm, TM, incidence de 72°, test DERIC en fonction de la fluence. Le seuil est de 0.67 J/cm² (courbe issue de [A11])

Cette valeur est comparable aux données de Stuart (Figure 46) après une correction angulaire pour tenir compte des différences d'incidence de test entre les réseaux 1480 t/mm (51°) et 1740 t/mm (72°). Elle nous servira donc de référence pour les travaux qui suivent.

Revenons maintenant à notre besoin initial qui est celui de disposer de réseaux de compression à seuil d'endommagement de quelques J/cm² pour l'installation PETAL. Il apparaît clairement que la voie réseau or n'est pas viable avec un seuil de l'ordre de 0.5 J/cm². Le mécanisme d'endommagement mis en jeu montre que la seule voie envisageable pour un tel réseau serait d'en augmenter l'incidence de fonctionnement afin de répartir le plus possible la fluence du faisceau. Les capacités des fabricants étant limitées à une taille de l'ordre du mètre (LLNL, PGL), cette voie a été rapidement abandonnée au profit des réseaux multi-diélectriques. Ces derniers sont l'objet du paragraphe qui suit.

### 2.2.2.4.3 Le réseau multi-diélectrique (MLD) et ses variantes (variation de relief)

Pour passer outre les limitations du réseau de compression or, il faut avoir recours à des matériaux présentant des seuils plus élevés en impulsion courte. C'est ce que propose Perry en inventant le réseau MLD en 1995 [65]. A la place de recouvrir le réseau à variation de relief (fonction dispersion) d'une couche d'or (fonction réflexion), il inverse la structure en

mettant le miroir sous le réseau. Schématiquement, le réseau transmet deux ordres : 0T et -1T et le miroir réfléchit ces deux ordres pour les recombiner de façon constructive vers l'ordre -1R [66].

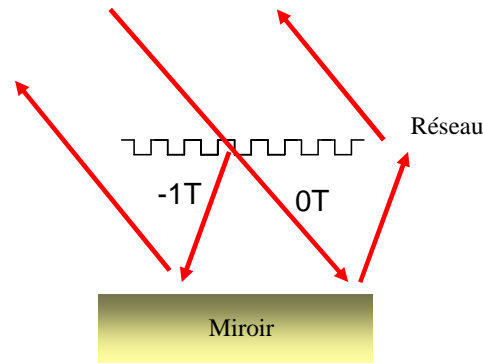


Figure 48 : Réseau MLD, principe de fonctionnement

Pour réaliser le miroir, Perry choisit un miroir multi-diélectrique constitué d'une alternance de couches haut indice ( $\text{HfO}_2$ ) et bas indice ( $\text{SiO}_2$ ) déposées par évaporation sous vide. Le réseau est alors gravé dans la couche supérieure du miroir qui est en silice pour maximiser le seuil d'endommagement. Le choix du couple  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  répond à trois contraintes principales : avoir un contraste d'indice le plus élevé possible pour minimiser le nombre de couches à déposer, se prêter à l'évaporation sous vide, et tenir le mieux possible au flux laser. La combinaison  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  s'est rapidement imposée pour les besoins lasers en impulsion nanoseconde et est toujours largement utilisée ([67] à [72] et [C37]). Elle a donc logiquement été reprise par Perry. Le seuil de la silice en impulsion courte est connu notamment grâce aux travaux de Stuart [50] [64] : de 2 à 2,5  $\text{J}/\text{cm}^2$  pour un substrat en silice polie testé à 500 fs, incidence normale et 1,053  $\mu\text{m}$ . Pour ce qui est de couches minces déposées, il a fallu attendre à notre connaissance dix ans avec les travaux de Mero [73] pour voir un travail systématique de mesure et de compréhension des seuils d'endommagement laser en impulsion courte à 800 nm de monocouches déposées par IBS. La Figure 49 (issue de [73]) compare les seuils obtenus sur diverses monocouches, justifiant ainsi à posteriori la pertinence du choix de Perry.

Du point de vue du procédé de fabrication du réseau MLD, il est similaire à celui d'un réseau à variation de relief. Le substrat est tout d'abord recouvert de son traitement miroir  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  par évaporation sous vide. Le miroir ainsi obtenu subit ensuite les opérations d'enduction, enregistrement, révélation et usinage (voir Figure 30).

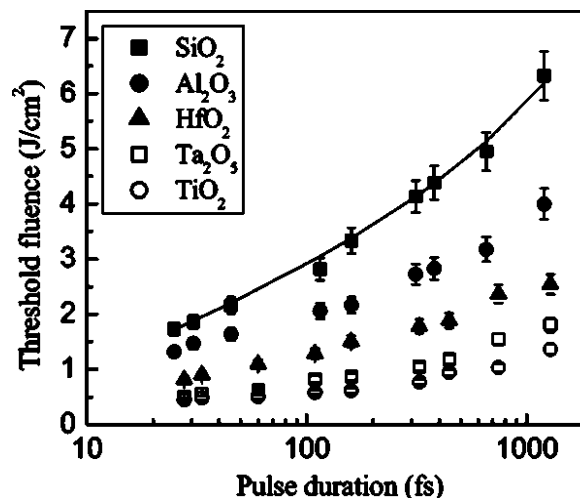


Figure 49 : Seuils d'endommagement à 800 nm pour diverses monocouches déposées par IBS, incidence normale [73]



Après stripping, on obtient le réseau MLD final comme illustré sur la figure qui suit (coupe MEB d'un réseau MLD 1740 t/mm – source LLE)

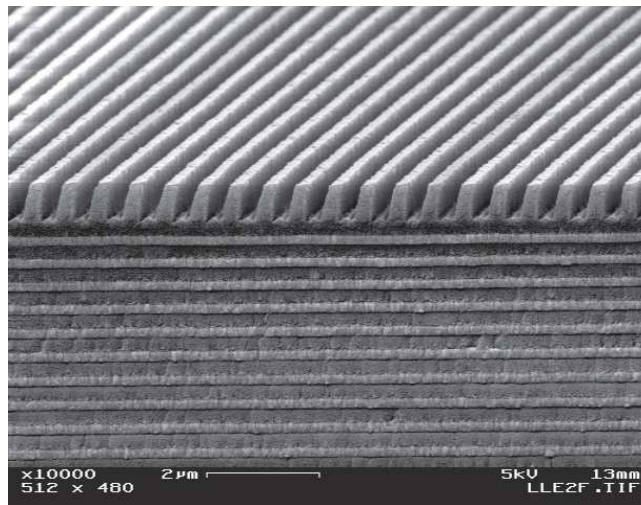


Figure 50 : Coupe MEB d'un réseau MLD 1740 t/mm (source LLE, USA)

Ce nouveau design autorise un gain de l'ordre de 2 sur le seuil d'endommagement laser par rapport au réseau or classique. Barty [75] rapporte ainsi un seuil de 2.5 J/cm<sup>2</sup> à 1 ps pour un réseau MLD 1780 t/mm à 77,2°, ce qui est équivalent à ~2 J/cm<sup>2</sup> à 500fs en utilisant une loi temporelle en  $\tau^{1/3}$  telle qu'établie par Mero sur les diélectriques en impulsion courte [73].

C'est fort logiquement ce type de réseau qui est retenu pour l'installation PETAL et sert au dimensionnement du compresseur dont la structure complète est arrêtée en 2006. Le schéma retenu [A15] est un schéma à deux étages (voir Figure 51). Un premier compresseur sous air réduit la durée d'impulsion de quelques ns à quelques centaines de ps. Compte tenu de la durée d'impulsion relativement longue, il est possible d'utiliser des réseaux monolithiques de taille proche du mètre à incidence réduite (56°). Un second compresseur, fonctionnant sous vide, réduit la durée d'impulsion à 500 fs. Le faible rapport de compression limite le chromatisme transverse permettant ainsi de considérer le compresseur comme quatre compresseurs indépendants utilisant un réseau de 45 cm de côté à forte incidence. La mise en phase des quatre sous-faisceaux ainsi constitués est assurée par un miroir segmenté placé entre les deux compresseurs.

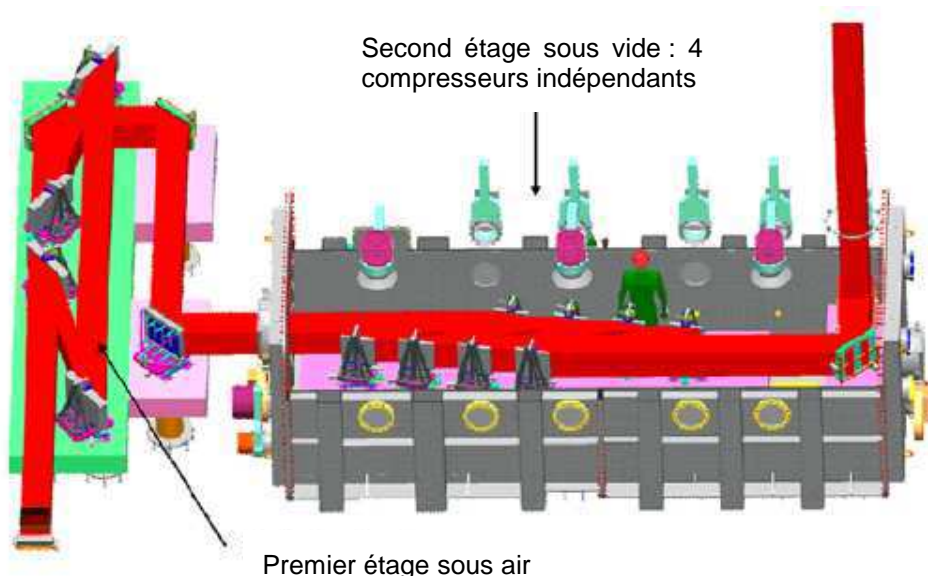


Figure 51 : Schéma de compression de l'installation PETAL [A9]

Les spécifications des réseaux de compression requis pour les compresseurs sous air et sous vide sont détaillées dans le Tableau 7.

	Réseau du compresseur sous air	Réseau du compresseur sous vide
Dimension (mm <sup>2</sup> )	420 x 830	420 x 450
Epaisseur (mm)	43	120
Matière substrat	BK7	Pyrex
Incidence	56°	77,2°
Polarisation	TE	TE
Densité de traits	1680 t/mm	1780 t/mm
Efficacité de diffraction ordre -1R	>91%	>94%
Seuil d'endommagement laser à 1,053 µm	> 5 J/cm <sup>2</sup> @ 400 ps	> 4 J/cm <sup>2</sup> @ 500 fs
Défaut de la surface d'onde diffractée -1R	< 500 nm	< 300 nm
Environnement de fonctionnement	Air	Vide

Tableau 7 : Spécifications des réseaux de compression de l'installation PETAL

Pour les besoins de l'installation PETAL, c'est donc, par rapport aux données bibliographiques précitées [75], un facteur proche de 2 qu'il faut gagner sur le seuil d'endommagement des réseaux MLD. En outre, le réseau MLD final doit également répondre à des spécifications de surface d'onde et garder son intégrité lors d'une utilisation prolongée sous vide (absence de clivage). Les traitements diélectriques HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> utilisés pour la fabrication du miroir du réseau MLD induisent des contraintes en compression ou en traction qui peuvent déformer le substrat (sous forme d'une courbure) et rendre difficile la tenue de la spécification de surface d'onde. Et, dans des cas catastrophiques, cela peut aboutir à une rupture mécanique de l'empilement (clivage, voir Figure 52) [77] [78]. Par ailleurs, la structure poreuse des couches du miroir les rend sensibles aux conditions d'environnement et hygrométriques en particulier. La contrainte a donc tendance à évoluer lors du passage du composant de l'air vers le vide. Il est important de souligner que ce point est souvent négligé bien que faisant partie intégrante de l'optimisation de composant réseau MLD.

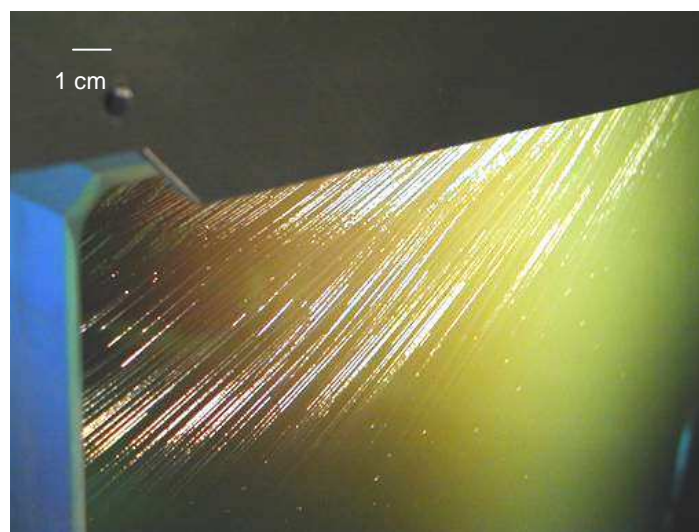


Figure 52 : Clivage sur un dépôt miroir HfO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>

Nos travaux se sont focalisés sur deux axes principaux :

- Comment améliorer le seuil d'endommagement d'un réseau MLD dans une configuration PETAL et quels sont plus généralement les paramètres dimensionnants sur le seuil d'endommagement à 500 fs ?
- Comment modifier le réseau MLD pour minimiser les contraintes et éviter les problèmes de clivage ? Nous proposerons pour cela une nouvelle structure de réseau utilisant une couche d'or et quelques paires de  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  que nous dénommons réseau MMLD.

La structure du réseau MLD doit être adaptée pour maximiser l'efficacité de diffraction dans l'ordre -1R tant en ce qui concerne l'épaisseur des couches du miroir que la structure du réseau gravé. Nous avons donc début 2004, une première étude avec l'Institut Fresnel pour mettre au point un code numérique permettant de calculer l'efficacité de diffraction en fonction des paramètres du réseau MLD. Cette étude s'est poursuivie à l'automne 2004 par le post doc de N. Bonod qui, après une thèse à l'Institut Fresnel, est venue au CEA terminer ce code et l'utiliser dans le cadre des travaux ici exposés jusqu'à mi 2006. Les études numériques ont ensuite été menées de nouveau par l'Institut Fresnel (N. Bonod, équipe CLARTE) après 2007.

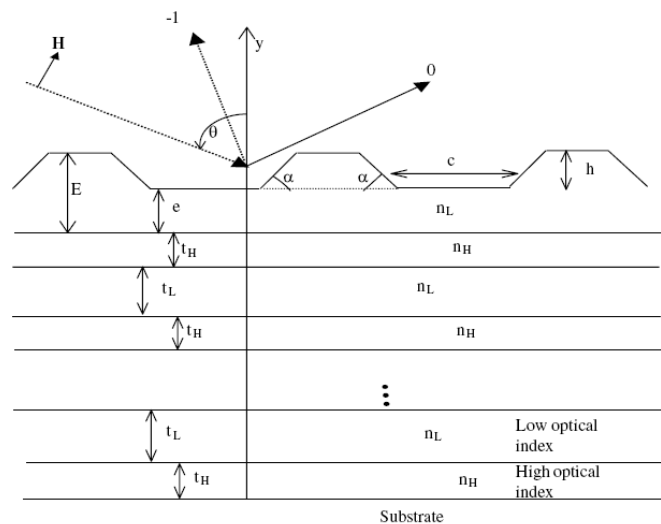


Figure 53 : Structure d'un réseau MLD, incidence  $\theta$ , le réseau de hauteur  $h$  et largeur de sillon  $c$  présente un angle au sommet  $\alpha$ . Il est gravé dans la couche supérieure d'épaisseur  $E$  d'un miroir dont les couches haut indice et bas indice ont une épaisseur  $t_H$  et  $t_L$

Ce code numérique de résolution des équations de Maxwell est basé sur la méthode différentielle. Il autorise l'optimisation d'une structure de réseau MLD (voir Figure 53) et permet d'isoler des combinaisons de solutions répondant à certaines contraintes :

- Le réseau MLD doit présenter une efficacité de diffraction élevée ( $>95\%$ ) dans l'ordre -1R.
- Les solutions doivent présenter une efficacité élevée en tenant compte des incertitudes de fabrication du réseau. Des intervalles  $\Delta e$ ,  $\Delta h$ ,  $\Delta c$  et  $\Delta \alpha$  conformes aux capacités des fabricants sont donc introduits pour tester la stabilité des solutions sur ce domaine.
- Le code doit permettre de calculer la répartition du champ dans la structure du réseau MLD et trier les solutions sur un critère de valeur de maximum du champ dans la structure puisque comme nous allons le voir ce paramètre semble important pour l'endommagement à 500 fs.

Intéressons nous d'abord au problème d'endommagement laser. Barty [75] constate que l'endommagement du réseau MLD semble s'initier au bord des piliers de silice i.e. là où le champ  $E^2$  est le plus élevé, conformément aux travaux de Stuart. Britten [76] teste un réseau MLD 1800 t/mm à différentes incidences et constate que la variation du seuil est mieux approchée par une loi en  $1/E^2$  que par une loi en inverse du cosinus de l'angle d'incidence

(voir Figure 54). Les écarts relevés sont malheureusement faibles, surtout si on tient compte d'une incertitude typique sur la fluence de test de  $\pm 10\%$ .

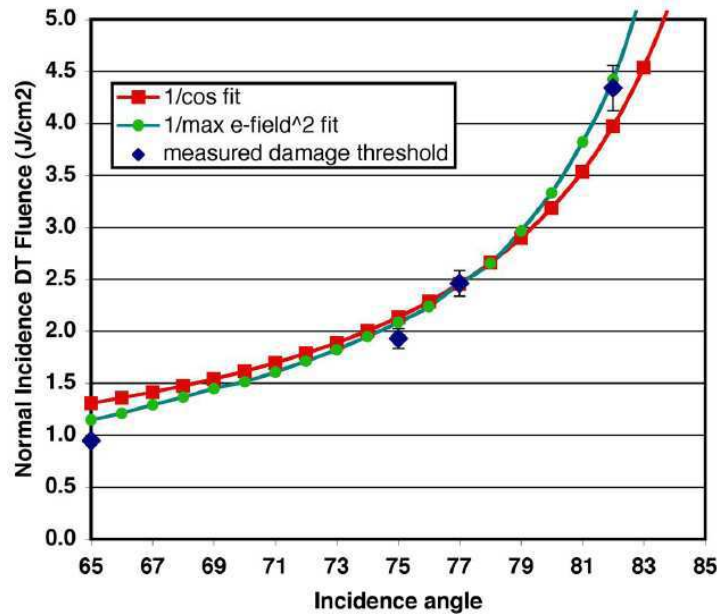


Figure 54 : Seuil à 1ps, 1053 nm mesuré sur un réseau MLD 1800 t/mm en fonction de l'incidence de test [76]

Il constate également qu'un réseau à piliers "fins" tend à minimiser le champ  $E^2$  dans la structure par rapport à un réseau à piliers "épais". Néanmoins, il ne relie pas cette variation de champ à une variation de seuil lors d'un test sur échantillon ; la démonstration n'est donc pas complète. Nous décidons donc de faire fabriquer une série d'échantillons de réseau MLD pour étudier cet effet de champ. Ces réseaux répondent aux spécifications de PETAL : 1780 t/mm, polarisation TE, incidence de  $77,2^\circ$ , efficacité de diffraction supérieure à 95% dans l'ordre -1R. Différentes structures de réseaux MLD sont retenues numériquement afin de faire varier le plus possible le maxima de champ dans la structure du réseau. La Figure 55 présente deux de ces cas extrêmes. On constate, comme déjà vu par Barty [75], que le champ se localise en bord de pilier de silice et qu'une structure à piliers fins minimise le maximum de  $E^2$  dans le pilier de silice.

Ces différents échantillons sont ensuite fabriqués. Le miroir est un miroir  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  de structure  $(\text{HL})^7\text{H}$  quart d'onde modifié pour répondre aux différents contraintes d'enregistrement du réseau [79] [80]. Une couche supérieure de silice d'épaisseur  $E$  est ajoutée au sommet pour recevoir le réseau à graver. L'ensemble est centré à  $70,6^\circ$  et réalisé par la société SAGEM par évaporation sous vide à faisceau d'électrons sur des échantillons de taille  $120 \times 140 \text{ mm}^2$ . Les pièces sont ensuite gravées chez HJY pour s'approcher au mieux du profil désiré.

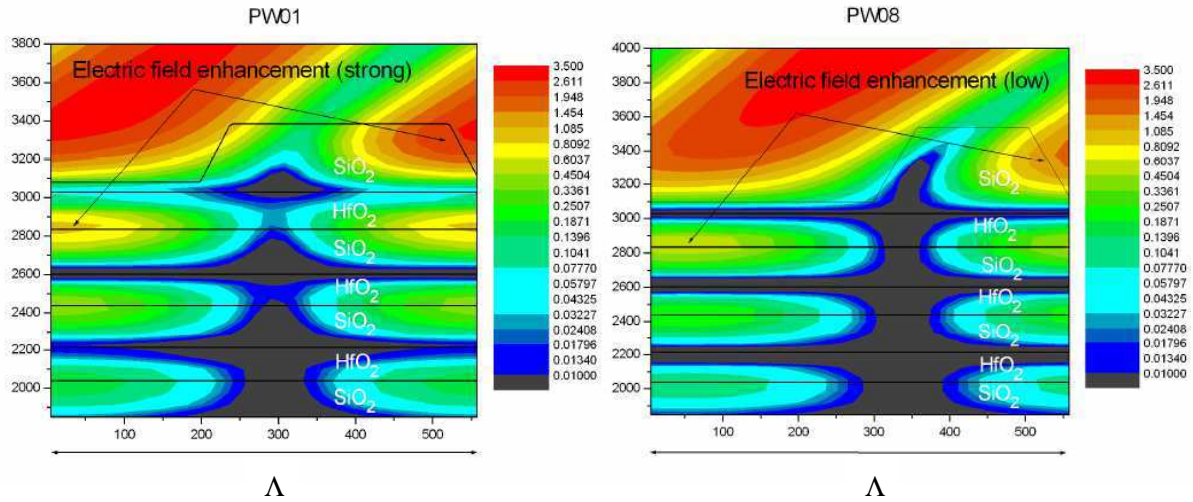


Figure 55 : Variation du champ  $E^2$  sur une période  $\Lambda$  pour 2 cas extrêmes de réseaux MLD. Le réseau à "piliers fins" (PW08) donne un maximum de champ près de deux fois plus faible que celui à "piliers épais" (PW01)

Le Tableau 8 présente les caractéristiques des réseaux MLD ainsi produits. Les caractéristiques du réseau (e, h et c) sont obtenues par AFM. Le maximum de champ  $E^2$  est calculé sur la base de ces mesures.

N°	e (nm)	h (nm)	c (nm)	Efficacité -1R, TE, 77,2°	Maximum de $E^2$ dans le réseau, 77,2°, TE
PW01	0	303	264	95%	2,34
PW04	75	386	433	96%	1,43
PW08	18	440	365	95,8%	1,4
PW10	64	396	382	96,2%	1,69

Tableau 8 : Réseaux MLD fabriqués

Chaque échantillon est alors testé au flux dans une zone proche de celle mesurée par AFM. Les tests sont réalisés sur l'installation DERIC à la longueur d'onde de 1057 nm et une durée d'impulsion de 500 fs environ (voir §2.2.2.4.2). Deux incidences de tests, symétriques par rapport à Littrow, sont utilisées : 64,05° et 77,2° afin de disposer du maximum de données possibles. **Nous démontrons alors que le seuil à 500 fs varie linéairement avec  $1/E^2$**  comme l'illustre la Figure 56. Ce résultat majeur a été notamment publié dans Optics Express [A11].



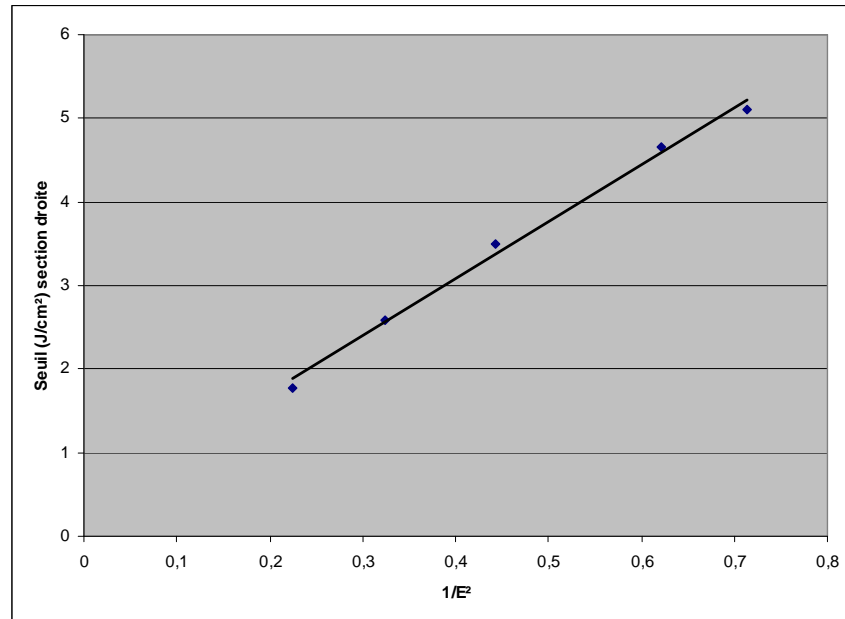


Figure 56 : Seuils à 500 fs, TE, 1053 nm de 4 réseaux MLD 1780 t/mm en fonction de  $1/E^2$ . Tests à 77,2 et 64,05° suivant les échantillons

Nous savons donc maintenant que pour avoir un réseau MLD tenant le mieux possible au flux à 500 fs, il faut minimiser le maximum de  $E^2$  dans la structure. De plus, nous atteignons des seuils supérieurs à 4 J/cm² pour des réseaux MLD 1780 t/mm, 77,2°, TE ce qui répond au besoin de l'installation PETAL.

Qu'en est-il du problème de tenue au vide de ces structures et des problèmes de contraintes exposés précédemment ? Les réseaux MLD fabriqués ont été faits sur des miroirs à 15 couches (dont la couche silice à graver) avec un procédé d'évaporation par faisceau d'électrons limitant le risque de clivage grâce à une température de dépôt adaptée qui diminue la porosité des couches. Bien qu'aucun clivage n'ait été constaté sur les échantillons fabriqués, nous n'avons que peu de recul quant à la tenue dans le temps de ces pièces (cycles air/vide nombreux, tirs lasers multiples, ...). Aussi il nous est apparu important d'imaginer des solutions alternatives limitant ces effets. La solution la plus "immédiate" aurait été de changer de technologie de dépôt par faisceau d'électrons pour de l'IAD voire de l'IBS afin de travailler avec des couches moins poreuses. C'est cette voie qui a été explorée avec succès par D. Smith de la société PGL en 2007/2008. Nous n'avons pas pour notre part la capacité de faire de tels essais en 2005/2006 aussi nous nous sommes plutôt concentrés sur la structure même du réseau MLD. La contrainte induite par le traitement est directement proportionnelle à son épaisseur. Il peut être donc pertinent de tenter de réduire celle-ci le plus possible. C'est cette voie que nous explorons en remplaçant le miroir MLD par un miroir constitué d'une couche d'or recouverte uniquement de quelques paires de  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  [A16]. Les travaux de N. Bonod sur ce sujet démontrent que 3 à 5 paires de  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  suffisent à limiter la fluence à l'interface d'or (pour éviter un endommagement à l'interface) tout en assurant l'existence de réseaux fabricables sur le miroir mixte (voir Figure 57).

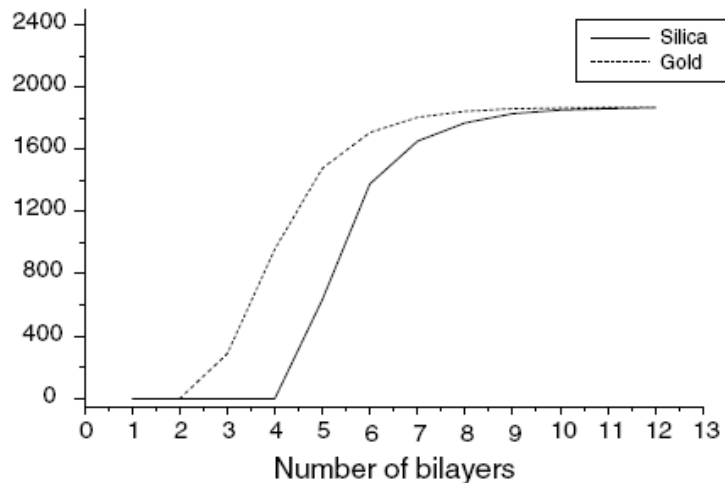


Figure 57 : Nombre de combinaisons ( $h$ ,  $e$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ) assurant un réseau de compression fabriquable (i.e. tolérant aux erreurs de  $h$  et  $c/d$ ) en fonction du nombre de paires déposés sur substrat de silice (réseau MLD) ou d'or (réseau MMLD). 3 à 5 paires sont suffisantes pour faire un réseau MMLD.

Cette structure originale, nommée réseau MMLD, peut également présenter un maximum de champ réduit similaire à celui d'un réseau MLD. Ceci laisse augurer d'un seuil d'endommagement similaire entre réseaux MMLD et MLD.

Nous avons bien sûr voulu fabriquer des réseaux MMLD afin de vérifier expérimentalement l'intérêt de tels réseaux de compression. Les travaux ont commencé par la fabrication des miroirs en 2007. Celle-ci a été confiée au CEA LITEN. Un travail de caractérisation et de comparaison de ces miroirs MMLD avec les miroirs MLD a été mené par S. Palmier au laboratoire en 2008 et 2009 et fait l'objet d'une publication acceptée récemment à Optics Express [A8]. Les seuils mesurés à 500 fs sur l'installation DERIC sur deux échantillons de miroirs MMLD sont présentés sur la Figure 58 et comparés à des miroirs MLD. Les tests sont réalisés à une incidence de  $72^\circ$  sur les miroirs MMLD et  $77,2^\circ$  sur les miroirs MLD. Les miroirs MLD et MMLD sont centrés à  $70,6^\circ$  mais la largeur de la fonction miroir assure une réflectivité supérieure à 99% aux incidences de test d'endommagement choisies.

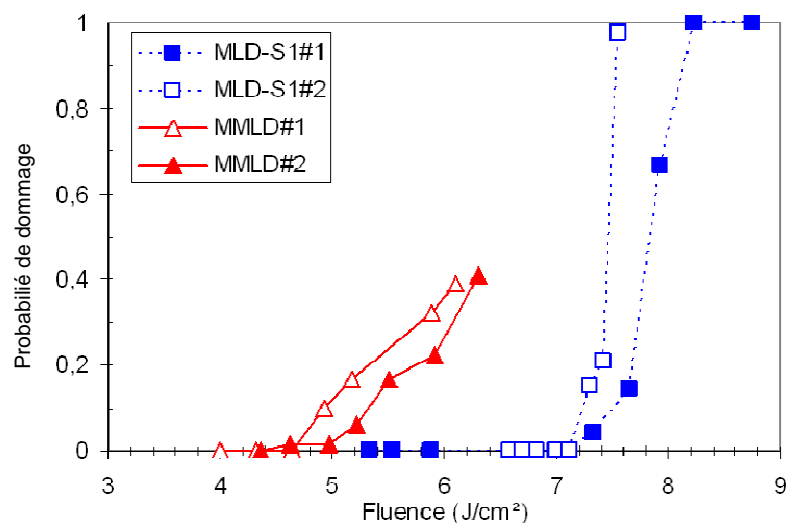


Figure 58 : Probabilité d'endommagement mesurée à 500 fs, 1057 nm, polarisation TE sur des miroirs MLD testés à  $77,2^\circ$  et des miroirs MMLD testés à  $72^\circ$  (pas de correction angulaire)

**Nous constatons que les seuils des réseaux MMLD et MLD sont très proches** si l'on tient compte de la correction angulaire imposée par la différence des incidences de test (Le seuil de  $7 \text{ J/cm}^2$  @  $77,2^\circ$  du réseau MLD correspond à  $7 \times \cos(77,2^\circ) / \cos(72^\circ)$  soit environ

5 J/cm<sup>2</sup> @ 72°). L'introduction de la couche d'or ne limite donc pas les performances du miroir. En outre, on observe que l'endommagement se produit dans la couche bas indice supérieure du miroir, à l'endroit où le champ est maximal. Le rapport des seuils d'endommagement est par ailleurs proportionnel au rapport des maxima de champ dans cette couche [A8]. On retrouve donc un comportement tout à fait similaire à celui constaté pour les réseaux MLD [A11].

**Pour ce qui concerne les contraintes présentes dans l'empilement et de la courbure induite sur le composant par celle-ci, nous démontrons que le design de type MMLD réduit sur un substrat PETAL pleine taille la déformée induite par le dépôt d'un facteur 8 par rapport au design de type MLD** comme montré dans le Tableau 9.

	MLD	MMLD
Contraire totale (MPa)	-63	-41
Courbure calculée sur un substrat PETAL pleine taille 420 x 450 mm <sup>2</sup> (nm)	-495 $\lambda/2$	-178 $\lambda/16$

Tableau 9 : Courbure calculée sur un substrat de Pyrex pour différents empilements miroirs (MMLD, MLD)

Ceci confirme que le MMLD est une alternative potentielle au MLD.

Il s'agit ensuite de graver un réseau sur ces miroirs MMLD. Cette opération a été réalisée par HJY. La Figure 59 montre l'efficacité de diffraction obtenue sur un réseau MMLD de taille 120x140 mm<sup>2</sup>, une efficacité moyenne de 95,9% est mesurée sur la zone utile du réseau MMLD, ce qui confirme les simulations numériques [C11].

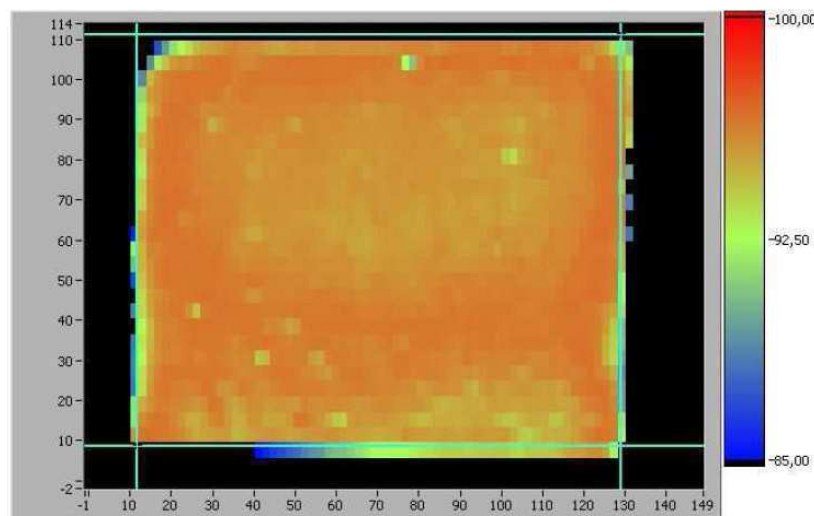


Figure 59 : Efficacité de diffraction -1R, 1053 nm, polarisation TE, 77,2° mesurée sur un réseau MMLD (dépôt LITEN & gravure HJY)

La prochaine étape consiste à tester au flux les réseaux MMLD. Cette opération est en cours aussi nous ne pouvons présenter de résultats pour le moment.

Au cours des tests d'endommagement laser sur DERIC aussi bien de réseaux MLD, de réseaux MMLD que de divers miroirs, nous nous sommes intéressés également à la morphologie d'endommagement laser en impulsion courte. La procédure de test utilisée, de type S/1, rend difficile l'observation du démarrage du dommage puisque chaque site reçoit 100 à 200 tirs. C'est donc généralement un dommage ayant déjà subi une phase de croissance qui est vu. Notons qu'un test en mode 1/1 est difficile à mettre en œuvre à de telles durées d'impulsion car l'initiation du dommage n'est pas aisée à observer, c'est pour



cela que le mode S/1 est généralement retenu par la communauté. Nous avons montré précédemment que le seuil est proportionnel à la valeur du maximum de  $E^2$  dans le cas des miroirs et des réseaux. C'est donc à la position de ce maximum que le dommage démarre fort logiquement, chose que nous observons aussi bien dans le cas des miroirs MLD et MMLD (voir Figure 60) que des réseaux MLD testés (voir Figure 61) en 2007.

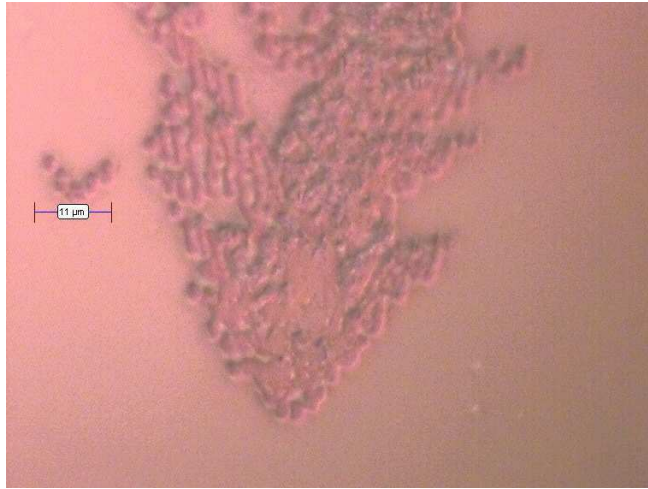


Figure 60 : Dommage typique sur miroir MLD  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  LITEN 8 paires ( $\lambda/3$ ,  $\lambda/6$ ) + couche B à graver. C'est la couche supérieure bas indice qui se délamine puisque le champ est maximal dans celle-ci pour le design considéré ici (observation Nomarski)

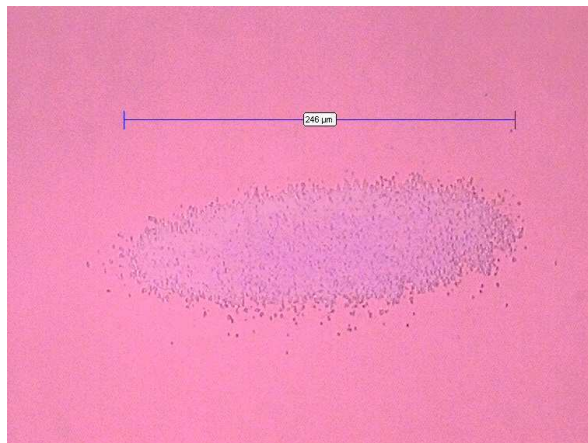


Figure 61 : Dommage typique sur réseau MLD 1780 t/mm gravé dans bas indice, miroir 8 paires LITEN ( $\lambda/3$ ,  $\lambda/6$ ). C'est la couche supérieure bas indice qui se délamine puisque le champ est maximal en bord des piliers du réseau MLD (observation Nomarski)

On note la présence d'une structure au sein du dommage, phénomène observé de nouveau dans le comparatif miroir MLD / miroir MMLD réalisé cette année par S. Palmier [A8]. Nous ne savons pas l'expliquer.

Nous avons également constaté l'existence d'une structure périodique plus fine périphérique au dommage laser (mais contenue dans la taille du faisceau de test) et perpendiculaire aux traits du réseau MLD, c'est-à-dire également à la direction de polarisation (TE dans ce cas). Cette structure a d'abord été observée sur les réseaux MLD comme le montre la Figure 62 issue de [A11].

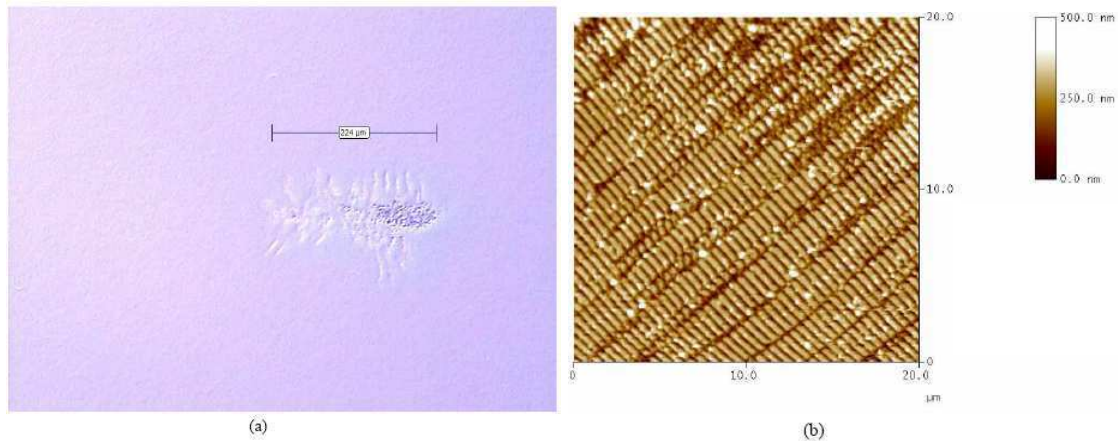


Figure 62 : Dommages observés sur un réseau MLD (a) Une structure périodique perpendiculaire aux traits du réseau est visible en périphérie du dommage (b) Observation AFM, la période est de  $2.3 \mu\text{m}$  environ [A8]

Un tel phénomène avait déjà été observé par Kosc au LLE sur réseau MLD 1740 t/mm [82] ; et une étude systématique de la variation de la période du motif en fonction de l'incidence de test était également conduite. La période est là aussi de 2 à  $2,4 \mu\text{m}$ . Aucune explication n'était par contre proposée. Lors des tests sur miroirs MLD et MMLD, nous avons pu vérifier l'existence de cette structure sur la périphérie de dommages de miroirs tant MLD que MMLD, toujours perpendiculaire à la polarisation du faisceau et de période proche de  $1,5 \mu\text{m}$  [A8]. Ce type de structure périodique appelé "ripples" a par ailleurs été observé en dehors du contexte spécifique des lasers de puissance. La formation de ripples est connue sur les métaux [83] et sur les semi-conducteurs [84]. Si leur structure est associée à la formation d'un plasmon de surface lors du tir laser dans le cas des métaux, le phénomène est moins compris dans le second cas et fait encore débat. Dans tous les cas, le ripple est un réseau dont le vecteur  $g$  est parallèle au champ  $E$  incident ce qui correspond à nos observations et celles de Kosc. Il est intéressant de constater que la période mesurée sur les miroirs MLD/MMLD est identique à la relation proposée par Emmony [85]. La Figure 63 compare ces différentes données bibliographiques ainsi que celles obtenues lors de nos travaux.

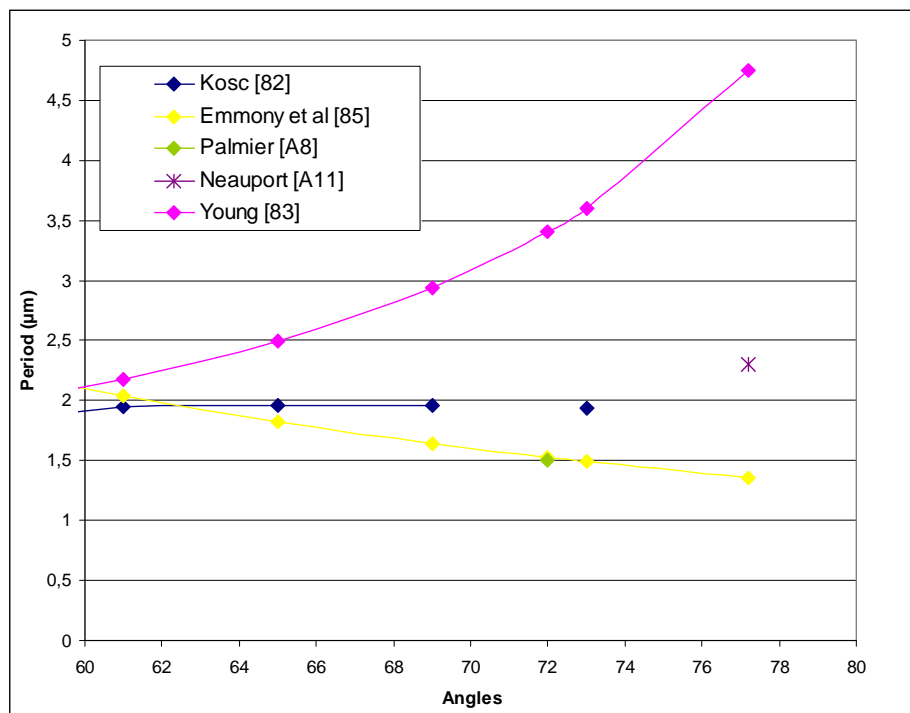


Figure 63 : Comparaison des périodes de ripples mesurées par nos soins à celles issues de différentes sources bibliographiques

On constate une certaine dispersion, signe d'un phénomène encore mal compris. Des tests portant sur l'effet de l'incidence de test et l'orientation de la polarisation doivent être faits sur DERIC pour compléter ces données et mieux comprendre ces phénomènes.

### 2.2.2.4.4 Vers les cristaux photoniques

La silice est le matériau diélectrique présentant le seuil d'endommagement le plus élevé dans nos domaines de fonctionnement (voir Figure 49 par exemple). La structure idéale au regard de l'endommagement serait donc probablement un réseau fait intégralement de silice. C'est vers cette voie que nous portons également nos efforts. Pour se faire, il faut considérer qu'un miroir est en fait un cristal photonique 1D (voir figure suivante).

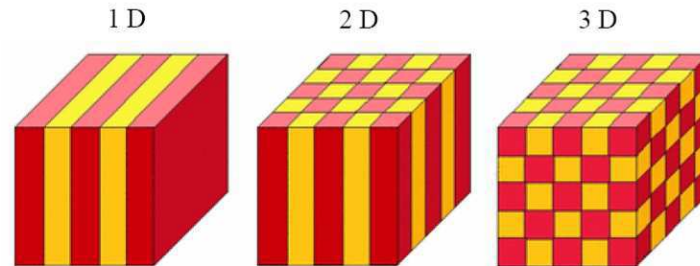


Figure 64 : Cristaux photoniques 1D, 2D et 3D

Dans un miroir MLD ou MMLD, la réflectivité est atteinte par le contraste d'indice entre le haut indice et le bas indice. Plus ce contraste est élevé moins il est nécessaire de mettre de paires de couches haut et bas indice pour avoir une forte réflectivité. Un contraste maximal pourrait ainsi être obtenu si le bas indice était de l'air et le haut indice de la silice (pour maximiser le seuil d'endommagement dans notre cas). Ceci est bien sûr impossible pour un miroir (cristal 1D) mais le devient pour un cristal 2D ou 3D qui présente des propriétés de réflectivités théoriques élevées sur une large bande spectrale et angulaire (on parle de bande interdite par analogie avec les semi conducteurs). Nous avons donc tenté d'optimiser des réseaux de compression tout silice en partant de la représentation schématique de la Figure 48 et en remplaçant le miroir par un cristal 2D dans un premier temps puis 3D dans l'avenir. Il s'agit donc d'optimiser numériquement et de concevoir un réseau de compression tout silice constitué d'un cristal photonique 2D ou 3D sur lequel est gravé un réseau tout comme pour un réseau MLD classique.

Des premiers résultats théoriques ont été obtenus en 2006 avec un cristal 2D par N. Bonod lors de son post-doctorat et se sont poursuivis à l'Institut Fresnel, équipe CLARTE, dans le cadre de la collaboration en cours encore aujourd'hui sur la modélisation des structures de réseaux [A8][A13][AN1]. La configuration simulée est toujours celle de PETAL (1780 t/mm, 77,2°, 1053 nm, polarisation TE). La structure étudiée est présentée sur la Figure 65.

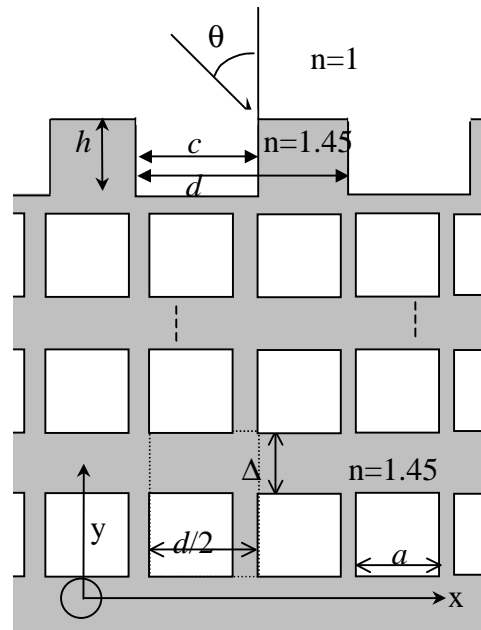


Figure 65 : Cristal photonique bi-dimensionnel composé de silice (en gris, indice  $n = 1,45$ ) et d'air (en blanc  $n = 1$ ). Configuration retenue : trous d'air à sections carrées et maille rectangulaire. La période est  $d/2$  suivant  $Ox$  et  $\Delta$  est la distance entre chaque rangée de trous suivant  $Oy$ . Le réseau est lamellaire de hauteur  $h$ , de largeur  $c$ , et de période  $d$ .

Il faut d'abord optimiser le cristal 2D dont le centrage est fixé à  $70,6^\circ$  tout comme dans le cas des réseaux MLD et MMLD (angle médian des ordres 0T et -1T du réseau de transmission). On montre qu'une réflectivité de plus de 99% est atteinte avec 10 couches de trous cylindriques de section  $a=0,8d/2$ . Cette réflectivité est assurée sur un large domaine spectral (200 nm) et angulaire (incidence  $> 60^\circ$ ). La structure du réseau lamellaire peut ensuite être calculée pour maximiser l'efficacité dans l'ordre -1R. La Figure 66 présente l'évolution de l'efficacité de diffraction en fonction des paramètres ( $h$ ,  $c$ ) du réseau (supposé lamellaire). On constate qu'il est possible d'atteindre une efficacité de diffraction supérieure à 99.9% pour  $h \sim 500$  nm et  $c \sim 340$  nm.

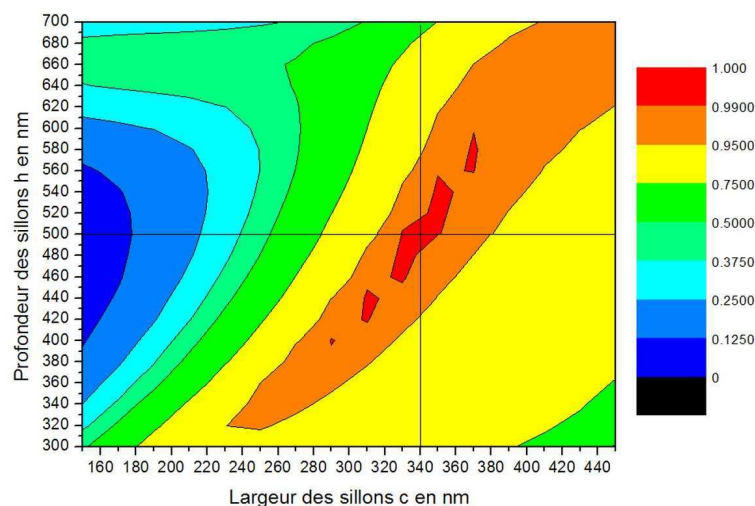


Figure 66 : Efficacité en reflexion de l'ordre -1T en fonction de la hauteur  $h$  et de la largeur  $c$  des sillons. Dix pour 10 couches de trous d'air dans la silice.  $\Delta = 350$  nm,  $a = 0,8d/2$ ,  $\theta = 77,2^\circ$ ,  $\lambda = 1053$  nm.

**D'après la simulation numérique, le principe du réseau de compression tout silice est valable. Un brevet a donc été déposé sur ce thème [B3].**



Nous nous sommes intéressés à la fabrication de telles structures et en particulier à celle du cristal photonique. La silice est un matériau peu utilisé pour la fabrication de cristaux 2D. En effet, la plupart des procédés de fabrication imaginés pour l'élaboration de ceux-ci font appel à des techniques dérivées de la microélectronique avec une fabrication couche par couche par technique de masquage et couche sacrificielle. La majorité des résultats publiés portent donc sur le silicium ou l'AsGa et les techniques ne sont pas aisément transposables à la silice. La gravure directe par laser peut être envisagée mais on doit faire face à deux écueils. Les motifs et canaux les plus petits inscriptibles dans la silice par impulsion courte sont plus proches de 1  $\mu\text{m}$  que de 100 nm ce qui est beaucoup trop large ; et le temps de fabrication d'un cristal devient titanesque (15 000 000 000 000 canaux ou trous dans 25 x 25 mm<sup>2</sup> pour notre structure...). Quant aux copolymères de Block [86], qui peuvent constituer des structures 2D, ils sont par nature des polymères donc difficilement compatibles de nos contraintes d'endommagement laser.

Nous nous sommes donc tournés vers les cristaux 3D (opale ou opale inverse). Notre réseau de compression tout silice se présente alors comme une opale ou opale inverse de silice sur laquelle on dépose une couche de silice dans laquelle on grave un réseau. Opales et opales inverses peuvent être fabriquées de manière relativement simple par sédimentation d'un colloïde de silice [86] ou par dépôt couche par couche par technique Langmuir Blodgett d'une solution mono dispersée de colloïde de silice. Un premier essai rapide de fabrication a été réalisé par le CRPP. La Figure 67 montre une image MEB de l'opale 2x2cm<sup>2</sup> fabriquée et optimisée en 2008 pour réfléchir à 70,6°. Bien que la structure semble être organisée, la mesure photométrique faite au CEA montre que la réflectivité est faible alors que la transmission est également faible. Il est possible que la structure soit trop désorganisée pour créer la réflexion désirée, l'essentiel de la lumière est alors diffusé. Nous n'avons pas encore pu poursuivre les essais, mais ils doivent reprendre. Dès que la réflectivité souhaitée sera atteinte, des tests d'endommagement pourront être faits sur DERIC.

En outre, d'un point de vue numérique une transposition des codes 2D vers 3D est nécessaire pour simuler ces nouvelles structures.

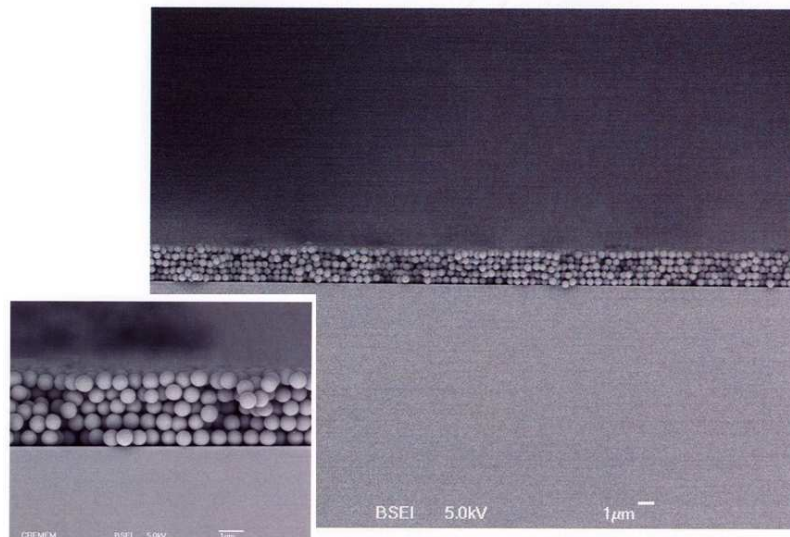


Figure 67 : Opale de silice réfléchissante à 70,6°. 5 couches de billes de diamètre 670 nm (opales et images MEB CRPP, S. Ravaine)

### 2.2.2.5 Conclusion et perspectives

Les travaux que nous avons menés sur les réseaux MLD ont contribué à la fabrication des réseaux MLD de la phase 1 de l'installation PETAL. 5 réseaux de 420 x 450 mm<sup>2</sup> ont pu ainsi être fabriqués par HJY pour le compresseur sous vide en se basant sur les simulations

numériques et les tests d'endommagement faits sur DERIC. Ces pièces sont actuellement montées et ont participé entre autres à la démonstration de faisabilité du schéma de compression de PETAL [A9]. La voie réseau MLD est probablement aujourd'hui la plus mûre technologiquement. Néanmoins, des difficultés subsistent, principalement induites par la structure du dépôt sous vide sur lequel le réseau est gravé. Celle-ci est responsable des variations de déformée air/vide, voire d'éventuels clivages qui peuvent être observés sur certains composants. Pour contourner ce problème, nous avons proposé une structure dite MMLD [A16] qui limite l'épaisseur du dépôt. Nos travaux, tant numériques qu'expérimentaux, montrent que cette variante peut être pertinente. Ceci doit être confirmé sur des réseaux MMLD par des tests d'endommagement laser, probablement d'ici 2010. Pour la totalité de nos travaux, seuls des dépôts par évaporation par faisceau d'électrons ont été utilisés. Les effets de déformée et de porosité peuvent être contenus en jouant sur le type de procédé de dépôt comme l'a montré Smith avec succès [81]. Nous allons également explorer cette possibilité dans les années à venir tant pour des réseaux MLD que MMLD.

Il a été démontré par Ravel & Pereira que le seuil d'endommagement laser pouvait être modifié par la présence de contamination organique [27][29]. Cet aspect a d'ailleurs été étudié dans le cadre de nos travaux sur l'endommagement de la silice polie à 351 nm (voir §2.1.3.2). Pour ce qui est des réseaux de compression, une étude a été faite en ce sens par le LLE [87]. Il nous faudra nous intéresser à cette problématique qui est étroitement liée à la nature du procédé réalisant le dépôt puisque celle-ci détermine la porosité des couches et donc leur sensibilité à fixer les polluants.

Nos besoins en réseaux sont aujourd'hui tournés vers des composants utilisés en monocoup avec un spectre étroit. Certaines installations en projet nécessiteront un spectre bien plus large et/ou une utilisation en cadence des réseaux de compression. Un réseau MLD est incapable de passer un spectre de plus d'une vingtaine de nanomètres. Pour des spectres plus larges, le réseau MMLD peut être une possibilité, ce point doit être exploré. Pour ce qui est de la tenue au flux en multicoup, il s'agit d'une nouvelle problématique dans laquelle le rôle de la contamination organique peut également être important.

Pour finir, à plus long terme, les cristaux photoniques pourront peut être être utilisés pour des applications de compression d'impulsion. La petite taille des composants disponibles, le caractère imparfait des structures fabriquées font que la route est sûrement encore longue pour en arriver là. Mais nous avons vu néanmoins numériquement, que des solutions intéressantes existent [A10] [B3].

---

### **3 Synthèse administrative**

### 3.1 GENERALITES :

#### 3.1.1 CURRICULUM VITAE

1996	Ingénieur Diplômé de l'École Supérieure d'Optique (aujourd'hui Institut d'Optique Graduate School), DEA "Optique et Photonique", Université d'Orsay
1996-1997	Stagiaire militaire au CEA Limeil, Laboratoire des Technologies Optiques, Département Laser de Puissance
1997- 2000	Ingénieur consultant ALTRAN, détaché au CEA Limeil, Laboratoire des Technologies Optiques, DLP
Depuis 2000	Ingénieur chercheur au CEA CESTA, Laboratoire des Procédés Optiques, DLP

#### 3.1.2 ACTIVITES D'ENSEIGNEMENT ET DE FORMATION :

2003	Cours "Aberrations en Optique", DESS Laser et Procédés, Université Bordeaux I, 20 heures
Depuis 2004	Encadrement d'étudiants en formation d'ingénieur par l'alternance par le CFAI de Bordeaux, spécialité matériaux (ENSCP). L'étudiant est suivi durant les 3 années de sa formation et passe de 40 à 80% de son temps en entreprise suivant l'année de formation.
2007	Cours "Les matériaux du laser", Formation Optomécanique, Institut d'Optique Graduate School / PYLA, 3 heures
2009	Cours "Procédés de fabrication et endommagement laser" lors de la formation "Endommagement laser" du ROP, MRCT CNRS.

#### 3.1.3 COORDONNEES

Jérôme Neauport,  
CEA Cesta, DLP/SCAL/LPO, 15 avenue des sablières, BP2, 33114 Le Barp  
Email : [jerome.neauport@projet-lmj.org](mailto:jerome.neauport@projet-lmj.org)  
Tel : 05 57 04 40 00 (Standard)  
Fax : 05 57 04 53 41

### 3.2 ACTIVITES DE RECHERCHE

#### 3.2.1 CONTEXTE SCIENTIFIQUE

Les travaux détaillés dans ce document ont été initiés au sein du DLP du CEA Limeil puis CEA CESTA en s'appuyant en particulier sur un parc de moyens de métrologie optique important (interférométrie, photométrie, endommagement laser, ...). Le CEA ne disposant que de peu de moyens de fabrication optique (à l'exception des moyens de dépôt sous vide du CEA LETI et de dépôt sol gel du CEA DMAT), les essais technologiques ont pour la plupart été mis en œuvre chez des partenaires industriels ou académiques.

#### 3.2.2 ENCADREMENT DE TRAVAUX DE RECHERCHE ET COLLABORATIONS

Je détaille ci-après les encadrements d'étudiants que j'ai effectués ainsi que les différentes collaborations universitaires mises en place afin de mener à bien les travaux de recherche objet de ce document. En outre, la fabrication optique étant en France une activité essentiellement industrielle, les collaborations et travaux industriels sont également détaillés.



### 3.2.3 ENCADREMENTS D'ETUDIANTS :

#### Thème Surfaçage :

J. Cayeux : CFA (ENSCP) au laboratoire de 2004 à 2007. Il a eu de grandes difficultés tout au long de sa scolarité et n'a au final pas obtenu son diplôme d'ingénieur.

A. Battentier : Stage de deuxième année en 2006 sur de la modélisation du surfaçage au LAMEFIP (coencadrement I. Iordanoff - LAMEFIP). Son travail a donné lieu à une publication dans une revue internationale [A6].

C. André : Stage de fin de DUT en 2007 sur le doucissage à l'ICMCB (coencadrement E. Fargin - ICMCB). Ses travaux ont été notamment l'occasion des premiers échanges sur ce thème avec l'ICMCB ainsi qu'avec la plateforme PICIN de l'Université Bordeaux 2 (voir 3.2.5).

K. Bien Aimée a soutenu sa thèse fin 2009 (coencadrement E. Fargin de l'ICMCB, I. Iordanoff du LAMEFIP et I. Tovenia du CEA). Ses travaux ont fait l'objet de 2 communications nationales [C3] [C12]. Deux communications à des conférences internationales ont également été faites ou retenues [C9] et [C38]. Deux publications à des revues internationales sont parues ou en cours de parution [A4] [A1].

J. Destribats : CFA (ENSCP) au laboratoire depuis 2007 et jusqu'en 2010 sur la caractérisation de SSD aux étapes d'ébauchage et de doucissage de la silice. Deux publications auxquelles ses travaux ont contribué sont parues [A2] [A3].

J. P. Champreux : Thèse au LMP depuis la rentrée 2007 sur l'usinage des verres (coencadrement O. Cahuc – LMP) dans le cadre du projet EFESO (voir 3.2.6). Une première communication à un congrès international vient d'être acceptée [C8].

D. André : Thèse au LAMEFIP depuis la rentrée 2008 sur la modélisation par éléments discrets des phases de doucissage et de polissage de la silice (coencadrement I. Iordanoff, J. L. Charles – LAMEFIP) dans le cadre du projet EFESO (voir 3.2.6).

#### Thème Optique diffractive :

Nicolas Bonod a fait deux années comme post doctorant de 2004 à 2006 au laboratoire après une thèse à l'Institut Fresnel, équipe CLARTE durant laquelle il s'est intéressé à l'extension de la théorie différentielle de la diffraction à des objets constitués de matériaux anisotropes et non linéaires. Il a été recruté au CNRS comme Chargé de Recherche fin 2006 à la suite de son post doctorat. Il travaille actuellement à ce titre au sein de l'équipe CLARTE (UMR6133) à l'Institut Fresnel. Les travaux effectués durant son post doc et ceux qui ont suivi (voir 3.2.5) ont fait à ce jour l'objet de 4 publications dans des revues internationales à comité de relecture [A10] [A11][A13][A16], un brevet [B3] et 7 communications à des conférences nationales ou internationales [C11] [C13] [C14] [C19] [C21] [C20] [C22]. Notre collaboration continue puisque Nicolas assure toujours le calcul et l'optimisation numérique des structures de nos réseaux de compression d'impulsion (voir §2.2.2). D'autres travaux, publications, ... sont donc en préparation.

### 3.2.4 Encadrement d'équipes d'ingénieurs

Le groupe CASIMIR (Campagne d'Amélioration des procédés de Surfaçage Intégré aux Moyens Industriels de fabrication) a été créé par le DLP dans le but d'accompagner et d'orienter au mieux le développement des procédés de surfaçage de la silice dans l'UV chez les polisseurs français. Ce groupe comprend une douzaine de personnes dont des représentants du DMAT (F. Pilon, C. Ambard) et du DLP (dont P. Cormont, N. Darbois et L. Lamaignère), il s'intègre à l'effort d'ensemble de compréhension des phénomènes d'endommagement laser menés par le groupe de travail Endommagement Laser animé par H. Bercegol. Les travaux du groupe CASIMIR ont fait l'objet à ce jour de 3 publications dans des revues internationales à comité de relecture et diverses communications (nationales et internationales). J'anime ce groupe depuis sa création.

### 3.2.5 COLLABORATIONS UNIVERSITAIRES

J'ai mis en place des collaborations avec les laboratoires et instituts qui suivent au cours des travaux de recherche que j'ai pu conduire :

- LMP (Université Bordeaux 1) : Sur l'usinage des verres (O. Cahuc, R. Laheurte).
- LGM2B (Université Bordeaux 1) : Sur l'usinage des verres (P. Darnis).
- LAMEFIP (ENSAM, Talence) : Sur la rhéologie appliquée à la modélisation du doucissage et du polissage des verres (I. Iordanoff, J. L. Charles).
- TREFLE (ENSCP) : Sur les écoulements de fluides chargés en particules appliqués à la modélisation du doucissage et du polissage des verres (A. Omari).
- ICMCB (Université Bordeaux 1). Sur le doucissage, le polissage, la caractérisation et la connaissance des verres (E. Fargin, T. Cardinal).
- LCFIO (Université Paris XI) groupe Surfaces optiques (R. Mercier, G. Colas, M. Mulot), sur les aspects surfaçage (doucissage et polissage) procédé d'usinage par faisceau d'ions (optique diffractive – lames de phase).
- PICIN, Pôle de Microscopie Photonique de la plateforme Génomique Fonctionnelle Bordeaux (Université Victor Segalen Bordeaux 2) sur les aspects microscopie confocale en support aux développements de procédés de polissage.
- Institut Fresnel, Equipe CLARTE (N. Bonod) sur les aspects calculs électromagnétiques dans les structures périodiques (réseau de diffraction, cristaux photoniques).
- CRPP (Université Bordeaux 1) sur les cristaux photoniques et leur fabrication en particulier (Fluides organisés, matériaux et structures).
- Laboratoire Hubert Curien (Université Jean Monnet, St Etienne) sur l'enregistrement et la gravure de réseaux de diffraction (O. Parriaux).
- LULI (Ecole Polytechnique) sur les réseaux MLD et la métrologie d'endommagement laser en impulsion courte.
- GSI (Darmstadt) sur les aspects réseaux MLD et métrologie d'endommagement laser en impulsion courte (V. Bagnoud, S. Borneis).
- IPNL – SMA VIRGO (J. M. Mackowski) sur les aspects couches minces et caractérisations optiques.

### 3.2.6 ANIMATION DE LA RECHERCHE

- Membre du comité de pilotage du Réseau Optique et Photonique (ROP) du CNRS (<http://www.rop.cnrs.fr>). Le but du réseau optique et photonique est de réunir d'une part le plus largement possible des opticiens opérant dans les laboratoires du CNRS, des EPST et des Universités et d'autre part, d'aborder les tendances et les évolutions récentes de chacun des thèmes traités pour favoriser la communication, les échanges (journées thématiques, écoles, ...), ainsi que la sauvegarde et la transmission des connaissances. Le réseau regroupe actuellement quelques 250 personnes issues d'une soixantaine de laboratoires.
- Membre du comité de pilotage du GIS Laser Interaction and New Optical Functionality (LasINOF) regroupant les laboratoires ICMCB, ISM, CELIA, CPMOH, IPREM.

### 3.2.7 PROJETS DE RECHERCHE FINANCES PAR LA REGION AQUITAINE (EFESO) OU PAR L'EUROPE (LASERLAB)

- **EFESO (2007-2011) :**

Le projet EFESO (Etudes et Formation En Surfaçage Optique) cofinancé par la Région Aquitaine et le CEA sur une durée de 3 ans s'intéresse à la compréhension et la modélisation des procédés de polissage de la silice. Le projet, monté à l'initiative du DLP, implique des laboratoires de l'Université Bordeaux 1 : LMP, LAMEFIP, TREFLE, ICMCB, LGM2B et de Paris XI : LCFIO. Il comprend le financement de moyens expérimentaux instrumentés importants (machine d'usinage de précision, machine de doucissage et polissage, ...) et de thèses et post doc, le tout pour un montant total de 709 k€ TTC. J'en suis le chef de projet.

- **LASERLAB Europe / JRA 2 OTTER :**

Le DLP s'est vu notamment confier la réalisation d'un banc de test d'endommagement laser en impulsions femtosecondes (Installation DERIC) entre 2004 et 2006. La mise en place et la validation du banc ont été l'occasion de tests croisés entre les installations de test du GSI, du LULI et du DLP (<http://www.laserlab-europe.net/events/2006/n6workshop.html>). Cette installation de test DERIC est fortement mise à contribution pour les travaux concernant les réseaux de compression d'impulsion.

### 3.2.8 ORGANISATION D'EVENEMENTS : JOURNEE THEMATIQUE "POLISSAGE OPTIQUE POUR LES GRANDS INSTRUMENTS DE LA PHYSIQUE ET DE L'ASTRONOMIE"

Cette Journée Thématique, organisée sous l'impulsion du CEA Cesta et du LAM, a pour objectif d'être le lieu d'échanges entre les acteurs des grands projets lasers de puissance (LIL, LMJ, PETAL, ...) et ceux des grands instruments terrestres et spatiaux (ELT, ...) autour des problématiques de polissage de grands composants optiques. Il s'agit essentiellement de faire discuter deux communautés ayant bien souvent des besoins similaires : grands composants carrés ou hexagonaux, spécifications par PSD ou PQM dans des périodes spatiales sub-centimétriques, convergence des procédés pour production en quantité à bas coût de fabrication, métrologie des composants, ... La première édition de cette journée a eu lieu le 11 Juin 2009 à l'IMS, sur le campus de Bordeaux 1 (détails sur <http://www.rdv-routedeslasers.com/polissage>).

J'ai été le principal instigateur de cette journée et l'organise en collaboration avec un collègue du LAM (M. Ferrari). Nous avons obtenu, entre autre, le soutien d'ALPHA Route de lasers, d'OPTITEC POPSud et du ROP. Cette journée a compté une soixantaine de participants provenant tant du milieu académique que de l'industrie. J'ai contribué également à cette journée par une intervention orale ("Endommagement laser UV de la silice polie – Rôle des micro-fractures – Métrologie des micro-fractures et effet des procédés")

### 3.2.9 COLLABORATIONS INDUSTRIELLES

Seules les collaborations importantes ayant abouti à des résultats scientifiques publiés sont détaillées dans ce paragraphe.

- **HORIBA Jobin Yvon (J. Flamand, G. de Villèle, Y. Josserand):**

Sur la mise au point des réseaux par transmission de la LIL et du LMJ : Ce travail a fait l'objet d'une publication pour une revue internationale à comité de lecture et diverses communications dans des conférences internationales et nationales.

Sur la mise au point des lames de phase pour la mise en forme des taches focales de la LIL et du LMJ : Ce travail a fait l'objet d'une publication pour une revue internationale à comité de lecture et diverses communications dans des conférences internationales et nationales.

Sur la mise au point des réseaux MLD pour l'installation PETAL : Ce travail a fait l'objet d'une publication pour une revue internationale à comité de relecture et diverses communications dans des conférences internationales et nationales.

- **SESO :**

Sur l'étude et la mise au point de procédés de polissage de la silice haute résistance au flux UV : Ce travail a fait l'objet de diverses communications dans des conférences internationales et nationales.

- **SAGEM, REOSC Etablissement de Saint Pierre du Perray :**

Sur la mise au point de traitements haute tenue au flux en régime ns puis fs, l'étude et le développement de procédés de polissage de la silice haute résistance au flux UV. Ce travail a fait l'objet de diverses communications dans des conférences internationales et nationales.

#### 3.2.10 PRODUCTION SCIENTIFIQUE

##### 3.2.10.1 Articles dans des revues internationales à comité de lecture

###### *Polissage silice et endommagement UV*

- A1. K. Bien-Aimé, E. Fargin, C. Belin, L. Gallais, P. Grua, **J. Neauport**, I. Tovenà "Impact of storage conditions on laser induced damage at 351 nm of fused silica optics" *Optics Express*, Vol. 17, Iss. 21, pp. 18703–18713 (2009)
- A2. **J. Neauport**, C. Ambard, P. Cormont, N. Darbois, J. Destribats, C. Luitot, O. Rondeau, "Subsurface damage measurement of ground fused silica parts by HF etching techniques", *Optics Express*, Vol. 17, Iss. 22 (2009)
- A3. **J. Neauport**, P. Cormont, P. Legros, C. Ambard, J. Destribats, "Subsurface damage fluorescence of grinded fused silica optics" *Optics Express* Vol. 17, Iss. 5, pp. 3543–3554 (2009)
- A4. Karel Bien-Aimé, **Jérôme Néauport**, Isabelle Tovenà-Pecault, Evelyne Fargin, Christine Labrugère, Colette Belin, Michel Couzi, "Laser induced damage of fused silica polished optics due to a droplet forming organic contaminant", *Applied Optics* Vol. 48, N°12 (2009)
- A5. **J. Neauport**, P. Cormont, C. Ambard, F. Pilon, "Concerning the impact of polishing induced contamination of fused silica optics on the laser-induced damage density at 351 nm", *Optics Communication* 281 (2008) 3802–3805
- A6. I. Iordanoff, A. Battentier, **J. Neauport**, J.L. Charles, "A Discrete Element Model to Investigate Sub Surface Damage due to surface polishing", *Tribology International* 41 (2008) 957–964
- A7. **J. Neauport**, L. Lamaignere, H. Bercegol, F. Pilon, J-C Biroleau, "Polishing-induced contamination of fused silica optics and laser induced damage density at 351 nm", *Optics Express* Vol 13, N°25, (2005)

###### *Optique diffractive*

- A8. S. Palmier, **J. Neauport**, N. Baclet, E. Lavastre, G. Dupuy, "High reflexion mirror for mixte metal dielectric gratings" *Optics Express*, Vol. 17, Iss. 22, pp. 20430–20439 (2009)
- A9. N. Blanchot, G. Behar, T. Berthier, E. Bignon, F. Boubault, C. Chappuis, H. Coïc, C. Damiens-Dupont, J. Ebrardt, Y. Gautheron, P. Gibert, O. Hartmann, E. Hugonnot, F. Laborde, D. Lebeaux, J. Luce, S. Montant, S. Noailles, **J. Néauport**, D. Raffestin, B. Remy, A. Roques, F. Sautarel, M. Sautet, C. Sauteret and C. Rouyer, "Overview of PETAL, the multi-Petawatt project on the LIL facility", *Plasma Phys. Control. Fusion* 50 (2008) 124045
- A10. N. Bonod, **J. Neauport**, "Design of a full silica pulse compression grating" *Optics Letter*, Vol 35, N°5, mars 2008. Article également sélectionné pour parution dans le «

- virtual journal publication of ultrafast science » de l'APS et l'AIP, <http://www.vjultrafast.org>, mai 2008
- A11. **J. Neauport**, E. Lavastre, G. Raze, G. Dupuy, N. Bonod, M. Balas, G. de Villèle, J. Flamand, S. Kaladgew, F. Dessierouer, "Effect of electric field on laser induced damage threshold of multilayer dielectric gratings", Optics Express, Vol. 15, N°19 september 2007.
- A12. C. Rouyer, N. Blanchot, **J. Neauport**, C. Sauteret, "Delay interferometric single shot measurement of a petawatt-class laser longitudinal chromatism corrector", Optics Express, Vol 15, N°5, may 2007
- A13. Nicolas Bonod, Evgeny Popov, Stefan Enoch, **Jérôme Neauport**, "Polarization insensitive blazed diffraction gratings", Journal of European Optical Society, 06029 (2006)
- A14. **J. Neauport**, N. Blanchot, C. Rouyer, "Chromatism compensation of the PETAL multi-petawatt high energy laser", Applied Optics, Vol. 46, Issue 9, 2007
- A15. N. Blanchot, G. Marre, **J. Neauport**, C. Rouyer, S. Montant, A. Cotel, C. Leblanc, C. Sauteret, "Synthetic aperture compression scheme for multi-petawatt high energy laser", Applied Optics, Vol. 45, Issue 23, pp. 6013-6021, 2006
- A16. N. Bonod, **J. Neauport**, "Optical performances and laser induced damage threshold improvement of diffraction gratings used as compressors in ultra high intensity lasers", Optics Communication, Vol 260, Issue 2, pp 649-655, 2006
- A17. **J. Neauport**, E. Journot and G. Gaborit, "Design, Optical Characterization and Operation of Large Transmission Gratings for the Laser Integration Line and Laser Megajoule Facilities", Applied Optics, Vol. 44 Issue 16 (Juin 2005)
- A18. **J. Neauport**, X. Ribeyre, J. Daurios, D. Valla, M. Lavergne, V. Beau, L. Videau, "Design and Optical Characterization of a Large Continuous Phase Plate for Laser Integration Line and Laser Megajoule Facilities" Applied Optics, Vol. 42 Issue 13 Page 2377 (May 2003)

#### **3.2.10.2 Communications internationales avec publication dans les actes de congrès – communication invitée :**

- C1. **J. Neauport** et al, "Megajoule laser project and polishing processes for high damage threshold at 351nm", Conference on Optical Fabrication and Testing, Iena 2005, SPIE vol. 5965
- C2. R. Mercier, M. Lamare, M. Mullot, V. Bagnoud, X. Ribeyre, J. Luce, **J. Neauport**, "Ion beam manufacturing of a graded-phase mirror for the generation of square top hat laser beams", SPIE conference on Optical Manufacturing and Testing, Proc. SPIE 7102 (2008)

#### **3.2.10.3 Communications internationales ou nationales avec publication dans les actes de congrès :**

- C3. **J. Neauport**, S. Palmier, N. Bonod, E. Lavastre, N. Baclet and G. Dupuy, « Mixed metal dielectric gratings for pulse compression applications », Boulder Damage Symposium (2009)
- C4. P. Cormont, **J. Neauport**, N. Darbois, J. Destribats, C. Amabrd, O. Rondeau, « Diagnostic tools for subsurface damage characterization of ground silica parts », Boulder Damage Symposium (2009)
- C5. C. Ambard, F. Pilon, O. Rondeau, B. Pintault, P. Cormont, **J. Neauport**, « Chemical characterizations of optical materials : a tool for high quality components », Boulder Damage Symposium (2009)
- C6. K. Bein-Aimé, **J. Neauport**, I. Tovenapecault, E. Fargin, « Impact of outgassing of organic contamination on laser induced damage of optics », Boulder Damage Symposium (2009)

- C7. K. Bien-Aimé, I. Tovenà, E. Fargin, **J. Neauport**, "Impact de la contamination moléculaire sur l'endommagement laser des optiques du futur laser Megajoule", Contamin'Expert 2009
- C8. Jean-Philippe Champreux, Olivier Cahuc, Philippe Darnis, Jean-Yves K'nevez, Raynald Laheurte, Nathalie Darbois, **Jérôme Neauport**, Gaëtan Albert, "Design and development of a new mechanical actions measurement device for a glass grinding machine – Impact on SSD", Optifab 2009, Rochester
- C9. K. Bien-Aimé, E. Fargin, **J. Neauport**, I. Tovenà-Pecault, "Impact of outgassing organic contamination on laser induced damage of optics", Optifab 2009, Rochester
- C10. **J. Neauport**, C. Ambard, H. Bercegol, O. Cahuc, J. P. Champreux, J. L. Charles, P. Cormont, N. Darbois, P. Darnis, J. Destribats, I. Iordanoff, R. Laheurte, L. Lamaignère, P. Legros, F. Pilon, « Optimizing fused silica polishing processes for 351nm high power laser application » Boulder 2008, Proc. SPIE 7132, 71321I (2008)
- C11. **Jérôme Neauport**, Nicolas Bonod, Gérard Razé, G. Dupuy, "Pulse compression gratings for the PETAL project – A review of various technologies", Boulder 2008, Proc. SPIE 7132, 71320D (2008)
- C12. K. Bien-Aimé, E. Fargin, A. Garcia, C. Belin, T. Buffeteau, **J. Neauport**, I. Tovenà-Pecault, « Caractérisation de la contamination moléculaire dans le cadre d'une étude sur l'endommagement laser des optiques à 351nm », Neuvième colloque international francophone, METHODES ET TECHNIQUES OPTIQUES POUR L'INDUSTRIE, Nantes, 17 - 21 Novembre 2008
- C13. N. Bonod, **J. Neauport**, "Polarization insensitive gratings", EOS Topical Meeting on Diffractive Optics, Barcelone 2007
- C14. **J. Neauport**, N. Bonod, G. De Villele, "High damage threshold MLD gratings for the PETAL facility", EOS Topical Meeting on Diffractive Optics, Barcelone 2007
- C15. H. Bercegol, A. Boscheron, J. Di-Nicola, E. Journot, L. Lamaignère, **J. Neauport** and G. Razé, "Laser damage phenomena relevant to the design and operation of an ICF laser driver", presented at Fifth-International-Conference-on-Inertial-Fusion-Sciences-and-Applications-IFSA-2007, Journal of Physics, Kobe, Japon, 9-14 septembre 2007
- C16. N. Blanchot, G. Behar, T. Berthier, E. Bignon, F. Boubault, C. Chappuis, H. Coïc, C. Damiens-Dupont, G. Deschaseaux, Y. Gautheron, P. Gibert, O. Hartmann, E. Hugonnot, F. Laborde, J. Luce, S. Montant, S. Noailles, **J. Neauport**, A. Roques, C. Rullière, F. Sautarel, M. Sautet, C. Sauteret, C. Rouyer, "Overview of PETAL, the multi-Petawatt project on the LIL facility," presented at Fifth-International-Conference-on-Inertial-Fusion-Sciences-and-Applications-IFSA-2007, Journal of Physics, Kobe, Japon, 9-14 septembre 2007
- C17. Gérard Razé, Matthieu Balas, **Jérôme Neauport**, Gabriel Dupuy, Gabriel Mennerat, Eric Lavastre, "Short pulse laser damage measurements of pulse compression gratings for petawatt laser", Boulder 2007, Proc. SPIE 6720 (2007)
- C18. N. Blanchot, **J. Neauport**, C. Rouyer, C. Sauteret, "Longitudinal chromatism compensation for PETAL, multi-petawatt high energy laser on the LIL facility", ICUIL 2006
- C19. N. Bonod, **J. Neauport**, G. Raze, E. Lavastre, "Design, optimization and development of pulse compression gratings for the PETAL project", ICUIL 2006
- C20. **J. Neauport**, N. Bonod, "Design, optimization and development of pulse compression gratings for the PETAL project" LO 2006 St Petersburg
- C21. N. Bonod, **J. Neauport**, "Design and construction of diffractive gratings for multipetawatt laser compressors", Conference on Optical Fabrication and Testing Iena 2005, SPIE vol 5962
- C22. **J. Neauport**, N. Bonod, "Design, optimization and development of pulse compression gratings for the MPHE-LIL", IFSA Conference, Biarritz, J. Phys. IV France, 133 (2006) 669-672
- C23. N. Blanchot, A. Cotel, C. Le Blanc, G. Marre, S. Montant, **J. Neauport**, C. Rouyer, C. Sauteret, L. Videau, "Synthetic aperture compression scheme for multi Petawatt High energy laser", IFSA Conference, Biarritz 2005, J. Phys. IV France, 133 (2006) 627-629

- C24. N. Blanchot et al, "Multi-petawatt high energy laser project on the LIL facility in Aquitaine", Proceedings of Topical problems of nonlinear wave physics 2005, St Petersburg, Proc SPIE Vol 5975, 2006.
- C25. N. Bonod, **J. Neauport**, "Design and construction of multilayer dielectric compression gratings for high energy petawatt lasers", Optical Waveguide Theory and Numerical Modeling, 13th International workshop, Grenoble avril 2005
- C26. L. Lamaignere, H. Bercegol, P. Bouchut, A. Durning, **J. Neauport**, H. Piombini, G. Razé, "Enhanced optical damage resistance of fused silica surfaces using UV laser conditioning and CO2 laser treatment", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 5448, 952 (2004)
- C27. **J. Neauport**, Denis Valla, Jacky Duchesne, Philippe Bouchut, Laurent Lamaignere, Janick Bigarre, Nathalie Daurios, "Building high-damage-threshold surfaces at 351 nm", Proc. SPIE Vol. 5252, p. 131-139, Optical Fabrication, Testing, and Metrology; (fev 2004)
- C28. J. J. Ferme, D. Valla, N. Ferriou-Daurios, **J. Neauport**, V. Beau, "LIL fused silica lenses and thin flat plates production", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 5252, 35 (2004)
- C29. V. Beau, D. Valla, J. Daurios, **J. Neauport**, G. de Villele, J. Flamand, "Metrology of focusing gratings and continuous phase plates for LIL and LMJ lasers", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 5252, 148 (2004)
- C30. **J. Neauport**, J. Flamand, Y. Josserand, F. Bonnemason, P. Bouchut, B. Touzet, G. Ficini, "Diffraction gratings production for LIL high-power laser: an overview", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 5252, 140 (2004)
- C31. E. Lavastre, **J. Neauport**, J. Duchesne, H. Leplan, F. Houbre, "Polarizer coatings for the Laser Megajoule prototype", Proceeding de la conference OIC de TUCSON 2004
- C32. N. Blanchot, E. Bignon, S. Hulin, S. Montant, **J. Neauport**, D. Raffestin, C. Rouyer, E. Sibe, D. Valla, L. Videau, "Technical issues in the multi-PETAWATT laser facility project on the Ligne d'Integration Laser (LIL)", Proceeding IFSA 2003
- C33. P. Bouchut, P. Garrec, **J. Neauport**, P. Gacoin, F. Bonnemason, S. Kaladgew, "Technological processing of silica as seen through laser-induced damage tests", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 4679, 242 (2002)
- C34. J. Flamand, G. de Villele, Y. Josserand, F. Bonnemason, B. Touzet, **J. Neauport**, "Development of large-aperture 1-omega and 3-omega gratings for the LIL laser", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 4411, 190 (2002)
- C35. **J. Neauport**, P. Bouchut, J. Flamand, G. de Villele, Y. Josserand, F. Bonnemason, B. Touzet, P. Garrec, X. Ribeyre, and G. Chabassier, "Large transmission 1 omega and 3 omega gratings for the LIL laser" Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 4438, 41 (2001)
- C36. **J. Neauport**, P. Volto, V. Beau, A. Roussel, O. Lam, D. Bernardino, . Bercegol, "Large-scale laser damage experiments on LIL mirrors: statistical analysis", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 3902, 349 (2000)
- C37. A. Fornier, D. Bernardino, O. Lam, **J. Neauport**, F. Dufour, B. R. Schmitt, J. M. Mackowski, "High-laser-damage-threshold HfO2/SiO2 mirrors manufactured by sputtering process", Proc. SPIE Int. Soc. Opt. Eng. 3492, 912 (1999)

#### **3.2.10.4 Communications internationales ou nationales sans publication dans les actes de congrès :**

- C38. K. Bien-Aimé, E. Fargin, **J. Neauport**, I. Toven-Pecault, "Impact of outgassing organic contamination on laser induced damage of optics", 5ème rencontre franco-espagnoles sur la chimie et la physique de l'état solide, Clérmont Ferrand, Avril 2008
- C39. N. Blanchot, G. Behar, T. Berthier, E. Bignon, F. Boubault, C. Chappuis, H. Coïc, C. Damiens-Dupont, G. Deschaseaux, Y. Gautheron, P. Gibert, O. Hartmann, E. Hugonnot, F. Laborde, J. Luce, S. Montant, S. Noailles, **J. Neauport**, A. Roques, C. Rullière, F. Sautarel, M. Sautet, C. Sauteret, C. Rouyer, "Overview of PETAL, the multi-Petawatt project on the LIL facility," presented at the 6th International Laser Operation Workshop, Bordeaux 2007

- C40. N. Blanchot, **J. Neauport**, C. Rouyer, C. Sauteret, "Correction ajustable de chromatisme d'une chaîne PW", Forum ILP, Arcachon 2007
- C41. **J. Neauport**, E. Lavastre, N. Bonod, G. Razé, M. Balas, G. Dupuy, "Technologie des réseaux de compression d'impulsion pour l'installation PETAL", Forum ILP, Arcachon 2007

#### **3.2.10.5 Articles dans des publications nationales**

- AN1. N. Bonod, J. Neauport, "Définition d'un réseau de compression d'impulsion tout silice", CHOCS Avancées 2008
- AN2. **J. Neauport**, B. Le Garrec, "Optiques diffractives et lasers de puissance : réseaux et lames de phase pour les lasers LIL et LMJ", Photoniques, 2002
- AN3. **J. Neauport**, A. Reichart, "Réseaux de diffraction et lasers de puissance", CHOCS n°27
- AN4. G. Chabassier, N. Ferriou, C. Maunier, **J. Neauport**, D. Taroux, D. Valla, "Les défis technologiques associés aux optiques", CHOCS n°29, 2004

#### **3.2.10.6 Participation à jury de thèse**

- T1. A. Cotel, "Réseaux de diffraction à multicouches diélectriques pour la compression d'impulsions laser Petawatt par mosaïques de réseaux", décembre 2006, thèse de doctorat pour l'école polytechnique. Participation au jury en tant qu'examinateur.

#### **3.2.10.7 Participation à comité scientifique de conférence internationale**

Membre depuis 2009 du comité international scientifique du "Boulder Damage Symposium", conférence annuelle internationale portant sur l'endommagement laser.

#### **3.2.10.8 Brevets**

- B1. **J. Neauport**, S. Montant, "Séparateur de polarisation à réseau polarisant", brevet n°03 50872 (ref. CEA : ZD 157) du 21/11/2003
- B2. N. Blanchot, **J. Neauport**, C. Rouyer, C. Sauteret, "Dispositif de compensation ajustable de retard pupillaire" brevet n°0654106 (ref. CEA ZD200) du 5/10/2006
- B3. N. Bonod, **J. Neauport**, "Dispositif optique dispersif à cristal photonique tridimensionnel" brevet ref. CEA ZD 213 du 25/09/2007

#### **3.2.10.9 Relecture d'articles pour revues internationales à comité de relecture :**

Referee de façon régulière sur les thèmes du surfaçage et de l'optique diffractive pour les revues suivantes :

- Applied Optics
- Optics Express
- Optics Communication
- Optics Letters
- Journal of Applied Physics



---

## **4 Bibliographie**

- [1]. M. L. André, "Status of the LMJ project", in Solid state lasers for application to Inertial Confinement Fusion: Second Annual International Conference, M. L. André, ed., Proc. SPIE 3047, pp. 38-42 (1996).
- [2]. W. H. Lowdermilk, "Status of the National Ignition Facility project", in Solid state lasers for application to Inertial Confinement Fusion: Second Annual International Conference, M. L. André, ed., Proc. SPIE 3047, pp. 16-37 (1996).
- [3]. S. Schwartz, M. D. Feit, M. R. Kozlowski, and R. P. Mouser, Proc. SPIE 3578, 314 (1999)
- [4]. L. Lamaignère, S. Bouillet, R. Courchinoux, T. Donval, M. Josse, J-C Poncetta, H. Bercegol, Rev. Sci. Instr. 78 (2007) 103105.
- [5]. M. A. Norton et al, "Growth of Laser Initiated Damage in Fused Silica at 351 nm", in Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2000, G. J. Exarhos, A. H. Guenther, M. R. Kozlowski, K. L. Lewis, M. J. Soileau Eds., Proceedings of SPIE Vol. 4347 (2001) p.468.
- [6]. L.D. Merkle, N. Koumvakalis and M. Bass, "Laser-induced bulk damage in SiO<sub>2</sub> at 1.064, 0.532, and 0.355  $\mu$ m," J. App. Phys. 55, 772-775 (1984)
- [7]. J. Y. Natoli, B. Bertussi, L. Gallais, M. Commandré, C. Amra, "Multiple pulses laser irradiation study in silica: Comparison between 1064nm and 355nm", Proceedings of SPIE Vol. 5250 (2004)
- [8]. H. Karow, "Fabrication methods for precision optics", Wiley Interscience (1993)
- [9]. Rayleigh J. W. S., Scientific papers Vol.4 p.54, 74, 542 University Press, Cambridge (1903)
- [10]. Beilby, Proc Royal Soc. 1903, 72a, 218
- [11]. H. Sakata, Asahi Glass Co, "Etude ellipsométrique du mécanisme fondamental de polissage du verre", Japanese Journal of Applied Physics, 1973
- [12]. R. E. Parks, "Subsurface damage in optically worked glass", Science of Optical Finishing, 1990, technical digest, post conference edition, OSA.
- [13]. L. Dettman, Optical Sciences Center, Tucson, Arizona, "*Estimation of subsurface damage depth by dimpling*", Science of optical finishing, 1990, technical digest, post conference edition, OSA.
- [14]. D. W. Camp, M. R. Kozlowski, L. M. Sheehan, M. Nichols, M. Dovik, R. Raether, I. Thomas, LLNL, "*Subsurface damage and polishing compound affect the 355nm laser damage threshold of fused silica surfaces*", Boulder 1997.
- [15]. N. Bloembergen, "Role of cracks, pores, and absorbing inclusion on laser induced damage threshold at surface of transparent dielectrics," Appl. Opt, 12, 661 (1973)
- [16]. J. Dijon, T. Poiroux, C. Desrumaux, "Nano absorbing centers : a key point in laser damage of thin film" in Laser-Induced damage in Optical Materials, H. Bennett, A. Guenther, M. Kozlowski, B. Newnam, and M. Soileau, eds., Proc. SPIE 2966, 315 (1997)
- [17]. S. Papernov, A.W. Schmid: J. Appl. Phys. 92, 5720 (2002)
- [18]. F. Bonneau, P. Combis, J.L. Rullier, J. Vierne, M.J. Pellin, M. Savina, M. Broyer, E. Cottancin, J. Tuaillon, M. Pellarin, L. Gallais, J.Y. Natoli, M. Perra, H. Bercegol, L. Lamaignère, M. Loiseau, J.T. Donohue: Appl. Phys. B 75, 803 (2002)
- [19]. Jean-Yves Natoli, Laurent Gallais, Bertrand Bertussi, Annelise During, Mireille Commandré, Jean-Luc Rullier, Florian Bonneau, Patrick Combis, "Localized pulsed laser interaction with submicronic gold particles embedded in silica: a method for investigating laser damage initiation" Vol. 11, No. 7, Opt. Express (2003)
- [20]. P. Grua, J.P. Morreeuw, H. Bercegol, G. Jonusauskas, F. Vallee, Phys. Rev. B 68, 35 424 (2003)

- [21]. F. Bonneau, "Numerical simulations for description of UV laser interaction with gold nanoparticles embedded in silica", Appl. Phys. B 78, 447–452 (2004)
- [22]. M. R. Kozlowski, J. Carr, I. Hutcheon, R. Torres, L. Sheehan, D. Camp and M. Yan, "Depth profiling of polishing-induced contamination on fused silica surface," in Proceedings of Laser-induced Damage in Optical Materials : 1997, G. J. Exarhos, A. H. Guenther, M. R. Kozlowski, M. J. Soileau Eds , Proc. SPIE 3244, 365-375 (1997)
- [23]. B. Bertussi, J.-Y. Natoli, M. Commandre, "Effect of polishing process on silica surface laser-induced damage threshold at 355 nm", Optics Communications 242 (2004) 227–231
- [24]. S. Palmier "L'étude de la pollution particulaire d'une chaîne laser de puissance", Thèse, Université Bordeaux 1, soutenue le 30 mars 2007
- [25]. F. E. Hovis, B. A. Shepherd, C. T. Radcliffe, and H. A. Maliborski, "Contamination damage in pulsed 1  $\mu$ m lasers," Proc SPIE 2714, 707–716 (1996)
- [26]. C. Scurlock, "A phenomenological study of contamination enhanced laser induced damage in sealed lasers," Proc. SPIE 5647, 86–91 (2004)
- [27]. G. Ravel, P. Bouchut, "Long term performances of very-high laser damage resistance mirrors", Proc. SPIE 4932, 170-179( 2003)
- [28]. I. Toven-Pecault, K. Bien-Aime, and A. Pereira, "Organic molecular contamination in prototype of the future Laser MegaJoule," Pharmatech, Cork, Ireland, (2008)
- [29]. A. Pereira, J.-G. Coutard, S. Becker, I. Toven, P. Bouchut, and G. Ravel, "Impact of organics contamination on 1064nm laser induced damage threshold of dielectric mirrors," Proc SPIE 6403, 6403–01-1 (2006).
- [30]. Beilby, Proc Royal Soc. 1903, 72a, 218.
- [31]. L. Dettman, Optical Sciences Center, Tucson, Arizona, "*Estimation of subsurface damage depth by dimpling*", Science of optical finishing, 1990, technical digest, post conference edition, OSA.
- [32]. R. E. Parks, "*Subsurface damage in optically worked glass*", Science of Optical Finishing, 1990, technical digest, post conference edition, OSA.
- [33]. M.A. Josse, H. Bercegol, R. Courchinoux, T. Donval, L. Lamaignere, B. Pussacq, J.L. Rullier, Proc. SPIE 6403 (2006) 64030E.
- [34]. A. Salleo, F.Y. Genin, J.M. Yoshiyama, C.J. Stolz, M.R. Kozlowski, Proc. SPIE 3244 (1998) 341.
- [35]. H. Bercegol, P. Grua, J-P Morreeuw, "Progress in understanding of fracture related laser damage of fused silica," Proc. SPIE 6720, 672003 (2007)
- [36]. J. W. Carr, E. Fearon, L. J. Summers, I. D. Hutcheon, "Subsurface damage assessment with atomic force microscopy", in Proceedings of the 1st international conference and general meeting if the European society of precision engineering and nanotechnology, 1999.
- [37]. P. P. Hed, D. F. Edwards, J. B. Davis, "Subsurface damage in optical materials: origin, measurements and removal", in Collected papers from ASPE Spring Conference on subsurface damage in glass, Tucson, AZ, 1989.
- [38]. Y. Zhou, P. D. Funkenbusch, D. J. Quesnel, D. Golini, A. Lindquist, "Effet of etching and imaging mode on the measurement of subsurface damage in microground optical glasses", J. Am. Ceram. Soc., 77 (12), 3277-3280 (1994)
- [39]. J. C. Randi, J. C. Lambropoulos and S. D. Jacobs, "Subsurface damage in some single crystalline optical materials", Appl. Opt., 44, 12 (2005)
- [40]. T. Suratwala, L. Wong, P. Miller, M. D. Feit, J. Menapace, R. Steele, P. Davis and D. Walmer, " Sub-surface mechanical damage distributions during grinding of fused silica", J.. Non Cryst. Sol. 352 (2006)

- [41]. L. Wong, T. Suratwala, M. D. Feit, P. E. Miller and R. Steele, "The effect of HF/NH<sub>4</sub>F etching on the morphology of surface fractures on fused silica", *J. Non Cryst. Sol.* 355, 797-810, (2009)
- [42]. J. A. Menapace, P. J. Davis, W. A. Steel, T. I. Suratwala, P. E. Miller, and L. L. Wong, "Utilization of magnetorheological finishing as a diagnostic tool for investigating 3D structure of fractures in fused silica," in *Proceedings of Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2005*, Gregory J. Exarhos, Arthur H. Guenther, Keith L. Lewis, Detlev Ristau, M. J. Soileau, Christopher J. Stolz, Eds, *Proc. SPIE* 5991, 201-213 (2005)
- [43]. T. A. Laurence, J. Bude, N. Shen, T. Fledman, P. Miller, W. Steele, T. Suratwala, "Metallic-like photoluminescence and absorption in fused silica surface flaws", *App. Phys Let* 94, 151114 (2009)
- [44]. H. Loewen, E. Popov, "Diffraction gratings and applications", Marcel Dekker, 1997
- [45]. J. F. Latkowski, Alison Kubota, M. J. Caturla, S. N. Dixit, J. A. Speth and S. A. Payne, "Fused silica final optics for inertial fusion energy: radiation studies and system-level analysis", *Fusion Technol.*, 43, 540-558 (2003).
- [46]. H. Kogelnik, "Coupled wave theory for thick holographic gratings", *Bell Syst. Tech J.* 48, 2909-2947 (1969)
- [47]. T. K. Gaylord and M. G. Moharam, "Analysis and applications of optical diffraction by gratings", *Proc. SPIE* 3492 44-50 (1985)
- [48]. E. Journot, "Rapport d'étude préliminaire sur les réseaux de diffraction à haute tenue au flux à 1 $\omega$  et 3 $\omega$  en 1997", rapport interne CEA LMJ 10331 B71 1RE ATEJ0044A (1997)
- [49]. J. Hue et al, "Automatic YAG damage test benches : additional possibilities", *SPIE vol.* 3578, pp 290-301 (1998)
- [50]. B. C. Stuart, M. D. Feit, A. M. Rubenchick, B. W. Shore and M. D. Perry, "Laser induced damage in dielectrics with nanosecond to subpicosecond pulses", *Phys. Rev. Let.* 74 12, 2248-2252 (1995)
- [51]. M. D. Crisp et al, "Importance of Fresnel reflections in laser surface damage of transparent dielectrics", *App. Phys. Lett*, 21, 8, pp 364-366, 1972
- [52]. S.Xua, W. Zhengb, X. Yuanb, H. Lvb and X. Zu, "Recovery of fused silica surface damage resistance by ion beam etching", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, Vol. 266, Issue 15 (2008)
- [53]. L. J. Waxer, D. N. Maywar, J. H. Kelly, T. J. Kessler, B. E. Kruschwitz, S. J. Loucks, R. L. McCrory, D. D. Meyerhofer, S. F. B. Morse, C. Stoeckl, and J. D. Zuegel, "High-energy petawatt capability for the Omega laser," *Opt. Photon. News* 16, 30 (2005)
- [54]. C. P. J. Barty, M. Key, J. Britten, R. Beach, G. Beer, C. Brown, S. Bryan, J. Caird, T. Carlson, J. Dawson, A. C. Erlandson, D. Fittinghoff, M. Hermann, C. Hoaglan, A. Iyer, L. Jones II, I. Jovanovic, A. Komashko, O. Landen, Z. Liao, W. Molander, S. Mitchell, E. Moses, N. Nielsen, H.-H. Ngyuen, J. Nissen, S. Payne, D. Pennington, L. Risinger, M. Rushford, K. Skulina, M. Spaeth, B. Stuart, G. Tietbohl, and B. Wattellier, "An overview of LLNL high-energy short-pulse technology for advanced radiography of laser fusion experiments," *Nucl. Fusion* 44, S266–S275 (2004)
- [55]. C. Le Blanc, C. Felix, J. C. Lagron, N. Forget, Ph. Hollander, A. M. Sautivet, C. Sauteret, F. Amiranoff, and A. Migus, "The petawatt laser glass chain at LULI: from the diode-pumped front end to the new generation of compact compressors," in *Proceedings of Third International Conference on Inertial Fusion Sciences and Applications*, B. A. Hammel, D. D. Meyerhofer, J. Meyer ter Vehn, and H. Azechi, eds. (American Nuclear Society, 2004), pp. 608–611
- [56]. C. N. Danson, P. A. Brummitt, R. J. Clarke, J. L. Collier, B. Fell, A. J. Frackiewicz, S. Hancock, S. Hawkes, C. Hernandez-Gomez, P. Holligan, M. H. R. Hutchinson, A. Kidd, W. J. Lester, I. O. Musgrave, D. Neely, D. R. Neville, P. A. Norreys, D. A. Pepler, C. J.

- Reason, W. Shaikh, T. B. Winstone, R. W. W. Wyatt, and B. E. Wyborn, "Vulcan petawatt—an ultra-highintensity interaction facility," *Nucl. Fusion* 44, S239–S246 (2004)
- [57]. K. Mima, H. Azechi, Y. Johzaki, Y. Kitagawa, R. Kodama, Y. Kozaki, N. Miyanaga, K. Nagai, H. Nagatomo, M. Nakai, H. Nishimura, T. Norimatsu, H. Shiraga, K. Tanaka, Y. Izawa, Y. Nakao, and H. Sakagami, "Present status of fast ignition research and prospects of FIREX project," *Fus. Sci. Technol* 47, 662 (2005)
- [58]. J. P. Chambaret et al, "ILE 25PW single laser beamline: the French step for the European Extreme Light Infrastructure (ELI)", *Conference on Lasers and Electro-Optics* (2007)
- [59]. M. Dunne, "A European path to Fast Ignition Fusion Energy" ICUIL, Cassis, France, September 25–29 (2006)
- [60]. Tina Clausnitzer, Jens Limpert, Karsten Zöllner, Holger Zellmer, Hans-Joerg Fuchs, Ernst-Bernhard Kley, Andreas Tünnermann, Marco Jupé, and Detlev Ristau, "Highly Efficient Transmission Gratings in Fused Silica for Chirped-Pulse Amplification Systems", *Applied Optics*, Vol. 42, Issue 34,
- [61]. B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore and M. D. Perry, "Optical ablation by high power short-pulse lasers", *JOSA B*, 13 2, 459-468 (1996)
- [62]. A. Reichart, N. Blanchot, P.Y. Baures, H. Bercegol, B.Wattellier, J.P. Zou, C. Sauteret, J. Dijon, "CPA Compression Gratings with Improved Damage Performance", *Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2000*, Gregory J. Exarhos, Arthur H. Guenther, Mark R. Kozlowski, Keith L. Lewis, M. J. Soileau, Editors, SPIE Vol. 4347 (2001)
- [63]. Patrick Rambo, Jens Schwarz, Ian Smith, "Development of a mirror backed volume phase grating with potential for large aperture and high damage threshold", *Optics Communications* 260 (2006) 403–414
- [64]. B. C. Stuart, M. D. Feit, S. Herman, A. M. Rubenchik, B. W. Shore and M. D. Perry, "Ultrashort-pulse optical damage", in *Proceedings of Laser-induced Damage Threshold in Optical Materials*, Harold E. Bennett, Arthur H. Guenther, Mark R. Kozlowski, Brian E. Newnam, M. J. Soileau, Eds, *Proc. SPIE* 2714, 616-628 (1996)
- [65]. M. D. Perry, R. D. Boyd, J. A. Britten, B. W. Shore, C. Shannon and L. Li, "High efficiency multilayer dielectric diffraction gratings", *Opt. Lett.* 20, 940-942 (1995)
- [66]. H. Wei and L. Li, "All-dielectric reflection gratings:a study of the physical mechanism for achieving high efficiency," *Appl. Opt.* 42, 6255-6260 (2003)
- [67]. R. Chow, S. Falabella, G. E. Loomis, F. Rainer, and C. J. Stolz, "Reactive evaporation of low defect density hafnia," *Appl. Opt.* 32, 5567–5574 (1993).
- [68]. C. J. Stolz, L. M. Sheehan, M. K. Gunten, R. P. Bevis, and D. Smith, "The advantages of evaporation of hafnium in a reactive environment to manufacture high damage threshold multilayer coatings by electron-beam deposition," *Proc. SPIE* 3338, 218–324 (1999).
- [69]. M. Alvisi, M. Di Giulio, S. G. Marrone, M. R. Perrone, M. L. Protopapa, A. Valentini, and L. Vasanelli, "HfO<sub>2</sub> films with high laser damage threshold," *Thin Solid Films* 410, 86–93 (2002)
- [70]. P. André, L. Poupinet, and G. Ravel, "Evaporation and ion assisted deposition of HfO<sub>2</sub> coatings: some key points for high power applications," *J. Vac. Sci. Technol.* 18, 2372–2377 (2000)
- [71]. R. Thielsch, A. Gatto, J. Heber, and N. Kaiser, "A comparative study of the UV optical and structural properties of SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and HfO<sub>2</sub> single layers deposited by reactive evaporation, ion-assisted deposition, and plasma ion-assisted deposition," *Thin Solid Films* 410, 86–93 (2002)
- [72]. Laurent Gallais, Jérémie Capoulade, Jean-Yves Natoli, Mireille Commandré, Michel Cathelinaud, Cian Koc, and Michel Lequime, "Laser damage resistance of hafnia thin

- films deposited by electron beam deposition, reactive low voltage ion plating, and dual ion beam sputtering", *Appl. Opt.*, Vol. 47, No. 13 (2008)
- [73]. M. Mero, J. Liu, W. Rudolph, D. Ristau and K. Starke, "Scaling laws of femtosecond laser pulse induced breakdown in oxide films", *Phys. Rev. B* 71, 115109 (2005)
  - [74]. M. Mero et al, "On the damage behavior of dielectric films when illuminated with multiple femtosecond laser pulses", *Optical Engineering* 44(5), 051107 (May 2005)
  - [75]. C. P. J. Barty, M. Key, R. Beach, G. Beer, C. Brown, S. Bryan, J. Caird, T. Carlson, J. Crane, J. Dawson, A. C. Erlandson, D. Fittinghoff, M. Herman, C. Hoaglan, A. Iyer, L. Jones II, I. Jovanovic, A. Komashko, O. Landen, Z. Liao, W. Molander, S. Mitchell, E. Moses, N. Nielson, H. H. Nguyen, J. Nissen, S. Payne, D. Pennington, L. Risingen, M. Rushford, K. Skulina, P. Spaeth, B. Stuart, G. Tiebohl and B. Wattelier, "An overview of LLNL high-energy short-pulse technology for advanced radiography of laser fusion experiments," *Nucl. Fusion*, 44, S266-S275 (2004)
  - [76]. J. A. Britten, W. Molander, A. M. Komashko, C. P.J. Barty, "Multilayer dielectric gratings for petawatt-class laser systems", " in *Proceedings of Laser-induced Damage Threshold in Optical Materials*, G. J. Exarhos, A. H. Guenther, N. Kaiser, K. L. Lewis, M. J. Soileau, C. J. Stolz, Eds, *Proc. SPIE* 5273, 1-7 (2003)
  - [77]. C. Stolz, J. R. Taylor, W. K. Eickelberg and J. D. Lindh, "Effets of vacuum exposure on stress and spectral shift of high reflective coatings", *Appl. Opt.* 32, 28, 5666-5672 (1993)
  - [78]. H. Leplan, "Les contraintes dans les couches minces optiques", PhD Thesis (1995)
  - [79]. J.B. Oliver, T.J. Kessler, H. Huang, J. Keck, A.L. Rigatti, A.W. Schmid, A. Kozlov, and T.Z. Kosc, „Thin-film design for multilayer diffraction gratings“, in *Proceedings of Laser-induced Damage Threshold in Optical Materials*, Gregory J. Exarhos, Arthur H. Guenther, Keith L. Lewis, Detlev Ristau, M.J. Soileau, Christopher J. Stolz, Eds, , *Proc. SPIE* 5991 (2006)
  - [80]. S. Liu, J. Ma, Z. Shen, Y. Jin, J. Shao and Z. Fan, "Optimization of thin-film design for multi-layer dielectric gratings," *Appl. Surf. Sci.* 253, 3642-3648 (2007)
  - [81]. D. Smith, M. McCullough, C. Smith, T. Mikami and T. Jitsuno, "Low stress ion-assisted coatings on fused silica substrates for large aperture laser pulse compression coatings," in *Proceedings of Laser-Induced Damage in Optical Materials: 2008*, G. J. Exarhos, D. Ristau, M. J. Soileau, C. J. Stolz Eds, *Proc. SPIE*, 7132, 71320E (2008).
  - [82]. T. Z. Kosc, A. A. Kozlov and A. W. Schmid, "Formation of periodic microstructures on multilayer dielectric gratings prior to total ablation," *Opt. Express* 14, 10921-10929 (2006)
  - [83]. J. F. Young, J. S. Preston, H. M. van Driel, and J. E. Sipe, "Laser-induced periodic surface structure. II. Experiments on Ge, Si, Al, and brass," *Phys. Rev. B* 27, 1155-1172 (1983).
  - [84]. M. Birnbaum, "Semiconductor surface damage produced by ruby lasers, " *J. App. Phys* 36, 3688 (1965).
  - [85]. D. C. Emmony, R. P. Howson and L. J. Willis, "Laser mirror damage in germanium at 10.6 $\mu$ m", *Appl Phys. Lett.*, 23, 11 (1973).
  - [86]. A. Urbas et al., "Tunable block copolymere / homopolymere photonic crystals", *Advanced Materials* 12, 812 (2000)
  - [87]. "Minimizing contamination to MLD gratings within a large vacuum system", B. Ashe et al, *Proc SPIE* 7069 (2008)